

银碳化钨电触头材料化学分析方法
硫氰酸盐容量法测定银量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银碳化钨电触头材料中银量的测定方法。

本标准适用于银碳化钨电触头材料中银量的测定。测定范围：80.00%~90.00%。

2 引用标准

JB 4107.1—85 电触头材料化学分析方法 总则和一般规定

3 方法原理

试料用硝酸分解后，以硫酸铁铵为指示剂，用硫氰酸钾标准滴定溶液进行滴定，硫氰酸根首先与溶液中的银离子反应生成难溶的硫氰酸银白色沉淀，当银离子沉淀完全，过量一滴的硫氰酸根与三价铁离子反应生成红色的硫氰酸铁络合物，即为终点。

4 试剂

4.1 硝酸(1+1)。

4.2 硫氰酸钾标准滴定溶液[C(KCNS)=0.04 mol/L]。

4.2.1 配制

称取约 9.7 g 硫氰酸钾用水溶解后，稀释至 2500 mL，充分混匀，静置 3 天。

4.2.2 标定

称取 0.1000 g 纯银(99.99%)置于 250 mL 锥形瓶中，加 10 mL 硝酸(4.1)，于电炉上低温加热溶解，煮沸除尽黄烟，冷却至室温，加水至 100 mL，加 5 mL 硫酸铁铵(4.3)，用硫氰酸钾标准滴定溶液(4.2)滴定至淡红色为终点。

每毫升硫氰酸钾标准滴定溶液相当于银的量按公式(1)进行计算：

$$C = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m——纯银的质量，g；

V——滴定纯银所消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积，mL。

4.3 硫酸铁铵溶液(20 g/L)：称取 2 g 硫酸铁铵溶于 100 mL 水中，滴加刚煮沸过的硝酸(4.1)至褐色褪去。

5 分析步骤

5.1 测定环境无盐酸雾。

5.2 试料

称取 0.1 g 试料，精确至 0.0001 g。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.2)置于 250 mL 的锥形瓶中,加 10 mL 硝酸(4.1),置于电炉上低温加热,使试料完全溶解后煮沸除尽黄烟,冷却至室温。

5.3.2 加水至 100 mL,加 5 mL 硫酸铁铵(4.3),摇匀。

5.3.3 用硫氰酸钾标准滴定溶液(4.2)进行滴定,至溶液呈稳定的淡红色即为终点,记下消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积。

6 分析结果的计算

银的百分含量按公式(2)计算:

$$Ag(\%) = \frac{C \cdot V}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: C——每毫升硫氰酸钾标准滴定溶液相当于银的量, g;

V——滴定试料消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m——试料的质量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差:

表 1

%

银 量	允 许 差
80.00~90.00	0.30

附加说明:

本标准由机械工业部桂林电器科学研究所提出并归口。

本标准由机械工业部桂林电器科学研究所起草,天水长城电工合金材料厂参加起草。

本标准主要起草人 李培田 赵光映 李玉仁