

ICS 29.120.20  
K 14  
备案号: 23090—2008



# 中华人民共和国机械行业标准

JB/T 7778.2—2008  
代替 JB/T 7778.2—1995

## 银碳化钨电触头材料化学分析方法 第 2 部分: 丁二酮肟分光光度法测定镍量

**Test methods for chemical analysis of silver-tungsten carbide electric contact material—Part2: Determination of nickel content**

[www.tungsten.com.cn](http://www.tungsten.com.cn)

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 方法原理 .....	1
3 试剂 .....	1
4 仪器 .....	1
5 试样 .....	1
6 分析步骤 .....	1
6.1 空白试验 .....	1
6.2 测定 .....	1
6.3 工作曲线的绘制 .....	2
7 分析结果的计算 .....	2
8 精密度 .....	2

[www.tungsten.com.cn](http://www.tungsten.com.cn)



JB/T 7778.2—2008

## 前 言

JB/T 7778《银碳化钨电触头材料化学分析方法》分为以下四个部分:

- 第 1 部分: 硫氰酸盐容量法测定银量;
- 第 2 部分: 丁二酮肟分光光度法测定镍量;
- 第 3 部分: 气体容量法测定总碳量;
- 第 4 部分: 酸分离-气体容量法测定游离碳量。

本部分为 JB/T 7778 的第 2 部分。

本部分代替 JB/T 7778.2—1995《银碳化钨电触头材料化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量》。

本部分与 JB/T 7778.2—1995 相比, 主要变化如下:

- 将引用标准改为最新版本;
- 将允许差改为精密度, 表述方式做了相应修改;
- 将对试样的要求独立成章。

本部分由中国机械工业联合会提出。

本部分由全国电工合金标准化技术委员会(SAC/TC 228)归口。

本部分负责起草单位: 桂林电器科学研究所、上海电科电工材料有限公司、浙江天银合金技术有限公司。

本部分参加起草单位: 安平县飞畅电工合金有限公司、绍兴县宏峰化学金属制品厂、温州宏丰电工合金有限公司。

本部分主要起草人: 谢永忠、陆尧、包巨飞、陈京生、刘跃平、田红娜、陈达峰、陈晓。

本部分所代替标准的历次版本发布情况:

- JB/T 7778.2—1995。



## 银碳化钨电触头材料化学分析方法 第2部分：丁二酮肟分光光度法测定镍量

### 1 范围

JB/T 7778 的本部分规定了银碳化钨电触头材料中镍量的测定方法。

本部分适用于银碳化钨电触头材料中镍质量分数的测定。测定范围：0.50%~2.00%。

### 2 方法原理

试样用硫酸和硫酸铵在高温下分解，用氯化钠分离银，以酒石酸钾钠掩蔽干扰元素，在碱性介质中，有氧化剂存在下，丁二酮肟与镍(III)形成红色络合物，于分光光度计470nm波长处测定其吸光度。

### 3 试剂

3.1 硫酸( $\rho=1.84\text{g/mL}$ )。

3.2 硫酸铵(固体)。

3.3 酒石酸钾钠溶液(50g/L)。

3.4 氢氧化钠溶液(300g/L)。贮存于塑料瓶中。

3.5 氢氧化钠溶液(50g/L)。贮存于塑料瓶中。

3.6 氯化钠溶液(30g/L)。

3.7 过硫酸铵溶液(50g/L)。当日配制

3.8 丁二酮肟溶液(10g/L)：称取10g丁二酮肟于塑料杯中，加入1000mL氢氧化钠溶液(见3.5)搅拌溶解后贮存于塑料瓶中。

3.9 镍标准贮存溶液：称取1.0000g纯镍(99.95%)于250mL的烧杯中，加入10mL硝酸(1+1)，加热溶解后驱尽氮的氧化物，冷却至室温后移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg镍。

3.10 镍标准溶液：移取10.00mL镍标准贮存溶液(见3.9)于200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50 $\mu\text{g}$ 镍。

### 4 仪器

分光光度计。

### 5 试样

称取0.2g试样，精确至0.0001g。

### 6 分析步骤

#### 6.1 空白试验

随同试样做空白试验。

#### 6.2 测定

6.2.1 将试样(见第5章)置于250mL锥形瓶中，加3mL硫酸(见3.1)和(1~2)g硫酸铵(见3.2)，加热分解试料。

JB/T 7778.2—2008

6.2.2 冷却至 50℃~80℃时，加 10mL 水，滴加氢氧化钠溶液（见 3.4）使白色沉淀溶解后，加 10mL 酒石酸钾钠溶液（见 3.3），10mL 氯化钠溶液（见 3.6），加热煮沸至溶液澄清，冷却至室温。

6.2.3 用慢速定性滤纸过滤于 100mL 容量瓶中，以少量水洗涤锥形瓶和滤纸各三次以上，用水稀释至刻度，混匀。

6.2.4 移取 5.00mL 试液（6.2.3）置于 50mL 容量瓶中，加 5mL 酒石酸钾钠溶液（见 3.3），5mL 氢氧化钠溶液（见 3.5），5mL 过硫酸铵溶液（见 3.7）和 5mL 丁二酮肟溶液（见 3.8），加水稀释至刻度，混匀，放置 10min。

6.2.5 将部分溶液移入 0.5cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长 470nm 处测量其吸光度。

6.2.6 减去空白试验吸光度，从工作曲线上查出相应的镍量。

### 6.3 工作曲线的绘制

6.3.1 移取 0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL 镍标准溶液（见 3.10），分别置于 50mL 容量瓶中，以下按 6.2.4~6.2.5 进行。

6.3.2 减去试剂空白吸光度，以镍量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

镍的质量分数按公式（1）计算：

$$Ni = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——工作曲线上查得的镍量，单位为  $\mu\text{g}$ ；

$V_0$ ——试液总体积，单位为 mL；

$V_1$ ——分取试液体积，单位为 mL；

$m_0$ ——试样的质量，单位为 g。

## 8 精密度

在不同实验室，由不同操作者使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试，获得的两次独立测试结果的绝对差值应不大于表 1 所列的值。

表 1

(%)

镍含量	绝对差
0.5~1.00	0.050
>1.00~2.00	0.075