

电触头材料中银含量的测定

1 范围

本标准规定了电触头材料中银含量的测定方法。

硫氰酸盐容量法适用非熔渗法制造的电触头材料银含量的测定。测定范围：

5.00%~99.00%。

碘量法适用于熔渗法制造的银钨、银碳化钨电触头材料中银含量的测定。测定范围：

25.00%~85.00%。

2 规范性引用文件

2.1 GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

2.2 GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

2.3 GB/T 24268 银氧化锡电触头材料化学分析方法

2.4 JB/T 7778.1 银碳化钨电触头材料化学分析方法 第1部分：硫氰酸盐容量法测定银量

2.5 JB/T 4107.4 电触头材料化学分析方法 第4部分：银钨中银含量的测定

3 术语和定义

无

4 测定方法

4.1 硫氰酸盐容量法

4.1.1 方法原理

试料用硝酸分解后，以硫酸铁铵为指示剂，用硫氰酸铵标准滴定液滴定，硫氰酸根先与银离子反应生成难溶的硫氰酸银白色沉淀，当银离子完全反应后，过量的硫氰酸根与三价铁离子生成红色的硫氰酸铁络合物，即为终点。

4.1.2 仪器和试剂

4.1.2.1 电子天平，感量小于或等于 0.1mg。

4.1.2.2 酸式滴定管或酸碱两用滴定管，50mL，A 级。

4.1.2.3 硝酸 (1+1)，以分析纯或优级纯硝酸配制。

4.1.2.4 水，不低于二级水标准。

4.1.2.5 硫酸铁铵溶液(20g/L)，称取 2g 硫酸铁铵(分析纯)溶于 100mL 水中，滴加硝酸(4.1.2.3)至褐色褪去。

4.1.2.6 硫氰酸铵标准滴定溶液， $c_{(\text{NH}_4\text{CNS})}=0.04\text{mol/L}$ 。

4.1.2.6.1 配制，称取约 7.6g 硫氰酸铵 (分析纯) 用水溶解后，稀释至 2500mL，静置 3 天备用。

4.1.2.6.2 标定，称取约 0.1g 纯银(99.99%)，精确到 0.1mg，置于 250mL 锥形瓶中，加 10mL 硝酸(4.1.2.3)，加热溶解，煮沸除尽黄烟，冷却至室温，以水冲洗锥形瓶内壁，加水至约 50mL，加约 5mL 硫酸铁铵溶液(4.1.2.5)，摇匀，用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定(4.1.2.6)至淡红色为终点。

每毫升硫氰酸铵标准滴定溶液相当于银的量按式(1)计算：

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

式中：

m ，纯银的质量，g。

V ，滴定纯银所消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积，mL。

重复测定 2 次，取平均值。2 次测量结果相对偏差超过 0.5%

时，应重新标定。每瓶配置好的硫氰酸铵标准滴定溶液，每批

次测定时均需重新标定。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 测定环境，测定环境应无盐酸雾或其它含氯离子的雾或气。

4.1.3.2 试料准备

4.1.3.2.1 截取，若无特殊要求，测电触头材料的银含量均应去除焊接层

或复合层，可采用磨、剪等物理方法，或采用酸溶之类的化学

方法。若需测量层状复合产品的整体银含量，可在称取之后去

除部分不含银的部分，以减少不含银物质进入溶液造成的干

扰。

4.1.3.2.2 称取，按照表（1）称取试料，精确到 0.1mg。

银质量分数范围，%	取样质量，g
>75.00~99.00	0.1

>40.00~75.00	0.2
5.00~40.00	0.3

表 1，取样质量

4.1.3.3 测定

将试料(4.1.3.2.2) 置于 250mL 锥形瓶中，加 10mL 硝酸(4.1.2.3)，加热溶解，煮沸除尽黄烟，冷却至室温，以水冲洗锥形瓶内壁，加水至约 50mL，加约 5mL 硫酸铁铵溶液(4.1.2.5)，摇匀，用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定(4.1.2.6)至淡红色为终点。

4.1.4 结果计算

银含量按式(2)计算：

$$\text{Ag}(\%) = \frac{c \times V}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中：

C，每毫升硫氰酸铵标准滴定溶液相当于银的量，g/mL

V，滴定试料所消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积，mL。

m，试料的质量，g。

4.2 碘量法

4.2.1 方法原理

4.2.1.1 试料用硫酸和硫酸铵消解，银离子和碘化钾反应生成碘化银黄色沉

淀，过量的碘化钾被辅助指示剂过碘酸钾氧化游离出碘，以淀粉为指示剂，由碘化钾标准滴定溶液滴定的体积计算银含量。

4.2.2 试剂

4.2.2.1 硫酸，分析纯或优级纯

4.2.2.2 硫酸铵，分析纯，固体

4.2.2.3 碘化钾标准滴定溶液

4.2.2.3.1 配制，称取 8.3g 碘化钾（分析纯），置于 400mL 烧杯中，用水溶解后，移入 1000mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀备用。

4.2.2.3.2 标定，称取约 0.1g 纯银(99.99%)，精确到 0.1mg，置于 250mL，按照 4.2.3.3 进行。

碘化钾标准滴定溶液相当银的质量按照公式 (3) 计算：

$$C = \frac{m}{V} \quad (3)$$

式中：

m ，纯银的质量，g。

V ，滴定纯银所消耗的碘化钾标准滴定溶液的体积，mL。

重复测定 2 次，取平均值。2 次测量结果相对偏差超过 0.5%

时，应重新标定。每瓶配置好的碘化钾标准滴定溶液，每批次

测定时均需重新标定。

4.2.2.4 乙醇 (1+3), 1 份无水乙醇 (分析纯) 中加入 3 份的水。

4.2.2.5 过碘酸钾饱和溶液, 在乙醇溶液中 (4.2.2.3.3) 中加入过碘酸钾 (分析纯) 直至饱和。

4.2.2.6 淀粉溶液 (10g/L), 现用现配。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 测定环境, 测定环境应无盐酸雾或其它含氯离子的雾或气。

4.2.3.2 试料准备

4.2.3.2.1 截取, 熔渗法制造的电触头材料, 若无特殊要求, 应垂直于焊接面整体取样, 截取断面应垂直于焊接面磨平; 若覆有钎料, 则应去除钎料层后再进行测试。

4.2.3.2.2 称取, 精确到 0.1mg。

银质量分数范围, %	取样质量, g
>55.00~85.00	0.15
>35.00~55.00	0.3
25.00~35.00	0.4

表 (2), 取样质量

4.2.3.3 测定

将称取的试料置于 250mL 锥形瓶中，加入硫酸铵（4.2.2.2）
（银质量分数小于 30%时加 5g，大于 30%时加 3g）和 10mL 硫酸
（4.2.2.1），盖上无颈小漏斗，加热溶解后冷却。

用水冲洗漏斗计瓶壁，加水至 100mL，冷却。

加入 0.75mL 过碘酸钾饱和溶液（4.2.2.5）、3mL 淀粉溶液
（4.2.2.6），用碘化钾标准滴定溶液（4.2.2.3）滴定至蓝绿色为终
点。

4.2.4 结果计算

银含量按式(4)计算：

$$\text{Ag}(\%) = \frac{C \times V}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中：

C，每毫升碘化钾标准滴定溶液相当于银的量，g/mL

V，滴定试料所消耗的碘化钾标准滴定溶液的体积，mL。

m，试料的质量，g。