

银氧化锌电触头材料化学分析方法  
铬天青 S 分光光度法测定铝量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银氧化锌电触头材料中铝量的测定方法。

本标准适用于银氧化锌电触头材料中铝量的测定。测定范围：0.05%~0.10%。

2 引用标准

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

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

用硝酸溶解试料，残渣用焦硫酸钾处理，分取部分溶液，加入硫脲，抗坏血酸，阿拉伯胶，铬天青 S，用乙酸铵缓冲溶液控制 pH，使铝[Ⅲ]与铬天青 S 形成络合物，于分光光度计波长 610 nm 处，测量其吸光度。

4 试剂

4.1 焦硫酸钾。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 硫脲溶液(50 g/l)。

4.4 抗坏血酸溶液(10 g/l)。

4.5 阿拉伯胶溶液(5 g/l)。

4.6 铬天青 S 溶液(2 g/l)，以水溶解时如有不溶残渣过滤后使用。

4.7 乙酸铵缓冲溶液(200 g/l)。

4.8 纸浆(用定量滤纸浸泡)。

4.9 铝标准贮存溶液(0.05 g/l)。

配制：称取 0.8792 g 硫酸铝钾[ $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ ]溶于水中移入 1000 ml 容量瓶稀释至刻度。摇匀。此标准溶液 1 ml 含 0.05 mg 铝。

4.10 铝标准溶液(0.01 g/l)。

移取 20.00 ml 铝标准贮存溶液(4.9)入 100 ml 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 ml 含 0.01 mg 铝。

4.11 银溶液(10 g/l)。

称取 2.50 g 纯银(99.95%)置于 250 ml 锥形瓶中加 10 ml 硝酸(4.2)加热溶解蒸发至 3 ml 左右冷却，移入 250 ml 容量瓶中，稀释至刻度。摇匀。此溶液 1 ml 含 10 mg 银。

4.12 锌溶液(2 g/l)。

称取 0.50 g 纯锌(99.95%)置于 250 ml 锥形瓶加 5 ml 硝酸(4.2)加热溶解试样蒸发至 3 ml 左右冷

却, 移入 250 ml 容量瓶, 稀释至刻度。摇匀。此溶液 1 ml 含 2 mg 锌。

## 5 仪器

分光光度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取约 0.5 g 试料, 精确至 0.0001 g。

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 ml 烧杯中加 10 ml 硝酸(4.2), 加热溶解, 蒸发至近干, 冷却至室温。加 25 ml 水溶解盐类, 加约一牛角勺纸浆(4.8)搅拌, 加热煮沸, 用定量滤纸过滤入 250 ml 容量瓶中。洗涤烧杯及滤纸各三次。

6.3.2 将沉淀和滤纸移入铂坩埚中, 加热至坩埚中滤纸干燥后, 移入马弗炉中, 在炉温 700~800℃灼烧至灰化, 取出冷却后加入 2 g 焦硫酸钾(4.1)在炉温 650~700℃熔融 30 min, 取出冷却至室温, 用温水浸取铂坩埚中熔块, 将此溶液合并入滤液(6.3.1)中, 稀释至刻度。摇匀。

6.3.3 移取 10.00 ml 溶液(6.3.2)入 100 ml 容量瓶中, 加入 5.0 ml 硫脲溶液(4.3), 2 ml 抗坏血酸溶液(4.4), 2 ml 阿拉伯胶溶液(4.5), 2 ml 铬天青 S 溶液(4.6)和 8 ml 乙胺缓冲液(4.7), 稀释至刻度。摇匀。放置 25 min 至 30 min。于分光光度计波长 610 nm 处用 1 cm 比色皿, 以水为参比测其吸光度。

6.3.4 以试料吸光度减去试剂空白吸光度, 从工作曲线上查出相应的铝量。

### 6.4 工作曲线绘制

移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 ml 铝标准溶液(4.10)分别加入 100 ml 容量瓶, 各加入 2.0 ml 银溶液(4.11)和 1.0 ml 锌标准溶液(4.12)以下按 6.3.3 条进行。减去零浓度吸光度, 以铝量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

## 7 分析结果计算

铝的百分含量按下式计算:

$$Al(\%) = \frac{M_1 \cdot V_1 \cdot 10^{-3}}{m \cdot V_0} \times 100$$

式中:  $M_1$ ——从工作曲线上查得铝量, mg;

$V_1$ ——试料液总体积, ml;

$V_0$ ——分取试料液体积, ml;

$m$ ——试料的质量, g。

## 8 允许差

试验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

| 铝 量          | 允 许 差 |
|--------------|-------|
| 0.050~0.070  | 0.010 |
| >0.070~0.100 | 0.015 |

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。

本标准由上海合金材料总厂负责起草。

本标准由天津电工合金厂起草。

本标准主要起草人 赵世育 赵光映

# www.bzxz.net

免费标准下载网