

银氧化锌电触头材料化学分析方法
火焰原子吸收光谱法测定镍量

JB/T 7774.4—1995

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镍量的测定方法。

本标准适用于银氧化锌电触头材料中镍量的测定。测定范围：0.05 %~0.30 %。

2 引用标准

GB 7728—87 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光度法通则

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

试料用硝酸分解，以盐酸分离银，在稀盐酸介质中。使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处测量吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(1+1)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 盐酸(1+19)。

4.4 镍标准贮存溶液：称取 0.5000 g 纯镍(99.95 %)置于 250 ml 烧杯中，低温溶解于 20 ml 硝酸(4.1)中，驱尽氮的氧化物，冷却至室温，移入 500 ml 容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 镍。

4.5 镍标准溶液：移取 20.00 ml 镍标准贮存溶液(4.4)于 200 ml 容量瓶中，用盐酸(4.3)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 100 μ g 镍。

5 仪器

原子吸收光谱仪，附镍空心阴极灯。

在最佳工作条件下，应达到如下性能指标：

灵敏度：在与测试溶液相一致溶液中，镍的特征浓度应不大于 0.125 μ g/ml。

精密度：最高浓度标准溶液吸光度 10 次测量的标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0 %，最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)吸光度 10 次测量标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5 %。

工作曲线线性：将工作曲线等分成五段，最高段的标准溶液值吸光度与最低段的标准溶液吸光度差值之比不应小于 0.7。

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.3 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 将试料置于 100 ml 烧杯中，加入 5 ml 硝酸(4.1)，低温加热溶解，除尽氮氧化物，取下冷却。

6.3.2 用水洗杯壁，使溶液体积约为 30 ml。加入 1 ml 盐酸(4.2)煮沸，使沉淀凝聚，取下冷却。

6.3.3 用中速滤纸将溶液滤至 100 ml 烧杯中，用热盐酸(4.3)洗涤沉淀 3 次。

6.3.4 低温将滤液蒸发至约 2 ml。冷却至室温，用盐酸(4.3)将滤液移入 100 ml 容量瓶中，稀释至刻度。混匀。

6.3.5 使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处，以水调零，与标准溶液平行测量吸光度，减去空白溶液吸光度。从工作曲线上查出相应的镍浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 ml 镍标准溶液(4.5)，分别置于 100 ml 容量瓶中，用盐酸(4.3)稀释至刻度。混匀。

6.4.2 在与试料测定相同条件下，以水调零测量吸光度，减去零浓度吸光度，以镍浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

镍百分含量按下式计算：

$$\text{Ni}(\%) = \frac{C \cdot V \cdot 10^{-4}}{m} \times 100$$

式中：C——从工作曲线上查得的镍浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

V——试料总体积，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

%

镍 量	允 许 差
0.050~0.150	0.015
>0.150~0.300	0.020

附 录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 PE—3100 型原子吸收光谱仪参考工作条件如表 A1。

表 A1

波 长 nm	灯 电 流 mA	光 谱 通 带 nm	观 测 高 度 mm	乙 炔 流 量 L/min	空 气 流 量 L/min
232.0	6	0.7	8	0.9	4.5

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。

本标准由国营五〇三厂起草。

本标准主要起草人 杨晓东 王恩黎

www.bzxz.net

免费标准下载网