

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镁量

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镁量的测定方法。

本标准适用于银氧化锌电触头材料中镁量的测定。测定范围：0.010%~0.100%。

2 引用标准

GB 7728—87 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

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，在稀硝酸介质中，加入铜盐消除铝(Ⅲ)、硅(Ⅳ)等元素的干扰。使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处测量吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(1+1)。

4.2 硝酸铜溶液(20 g/l)。

4.3 镁标准贮存溶液：称取 0.1000 g 纯镁(99.95%)置于 200 ml 烧杯中，加入 5 ml 硝酸(4.1)，盖上表皿，低温加热溶解，驱除氮的氧化物，冷却至室温。移入 1000 ml 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 ml 含 0.1 mg 镁。

4.4 镁标准溶液：移取 10.00 ml 镁标准贮存溶液(4.3)放入 200 ml 容量瓶中，加入 2 ml 硝酸(4.1)，稀释至刻度。混匀。此溶液 1 ml 含 5 μg 镁。

5 仪器

原子吸收光谱仪，附镁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度：在与测量样品溶液的基体相一致溶液中，镁的特征浓度应不大于 0.005 μg/ml。

精密度：测量最高浓度标准溶液吸光度 10 次，并计算其吸光度平均值和标准偏差。其标准偏差应不超过吸光度平均值的 1.0%。

测量最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)，吸光度 10 次，并计算其标准偏差。其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：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的标准溶液吸光度与最低段的标准溶液吸光度差值之比，应不小于 0.7。

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料, 精确至 0.0001 g。

表 1

镁 含 量 %	允 许 差 g
0.01~0.05	0.5
>0.05~0.10	0.25

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 100 ml 烧杯中, 加入 10 ml 硝酸(4.1), 盖上表皿, 低温加热溶解, 驱除氮的氧化物, 冷却至室温。用水洗 表皿及杯壁, 移入 100 ml 容量瓶中, 并稀释至刻度。混匀。

6.3.2 移取 20.00 ml 试料溶液, 放入 100 ml 容量瓶中, 加 3 ml 硝酸镧溶液(4.2), 稀释至刻度。混匀。

6.3.3 使用空气—乙炔火焰, 于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处, 以水调零, 与标准溶液(6.4.1)系列平行测量吸光度。减去空白试验吸光度, 从工作曲线上查出相应的镁浓度。

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 镁标准溶液(4.4), 分别置于一组 100 ml 容量瓶中, 加入 2 ml 硝酸(4.1), 加入 3 ml 硝酸镧溶液(4.2)稀释至刻度混匀。

6.4.2 在与试料溶液测定相同条件下, 以水调零, 测量吸光度。减去零浓度溶液吸光度。以镁浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

镁百分含量按下式计算:

$$\text{Mg}(\%) = \frac{C \cdot V_0 \cdot V_1 \cdot 10^{-4}}{m \cdot V_2} \times 100$$

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

V_0 ——试料溶液的总体积, ml;

V_1 ——分取后试料溶液稀释体积, ml;

V_2 ——分取试料溶液的体积, 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 2 所列允许差。

表 2

%

镁 量	允 许 差
0.010~0.050	0.002
>0.050~0.100	0.008

附录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 WFX—IF₂ 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	燃烧器高度 mm	单色器通带 nm	空 气 流 量 L/min	乙 炔 流 量 L/min
285.2	1.0	12	0.4	6	1.2

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。

本标准由国营六一五厂起草。

本标准主要起草人 王恩黎 于晓光 邢桂珍

www.bzxz.net

免费标准下载网