

银氧化镉电触头材料化学分析方法 EDTA 络合滴定法测定镉量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银氧化镉电触头材料中镉量的测定方法。

本标准适用于银氧化镉电触头材料中镉量的测定。测定范围：5.00%~25.00%。

2 引用标准

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

试样用硝酸分解，以氯化银沉淀形式分离银。在 pH 5.5~5.8 的试液中加入过量的 EDTA 标准溶液，用醋酸锌标准滴定溶液滴定过量的 EDTA。然后加入足量的碘化钾，使碘化钾与镉[Ⅱ]生成更为稳定的 $[CdI_4]^{2-}$ 络阴离子，释放出相应的 EDTA。以二甲酚橙为指示剂，用醋酸锌标准滴定溶液滴定，从而计算镉量。合金中的添加元素锌、铝、锡、镁、镍和铋等均不干扰测定。

4 试剂

4.1 碘化钾(固体)。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 氨水(1+1)。

4.4 硫脲溶液(100 g/l)。

4.5 氯化钠溶液(50 g/l)。

4.6 六次甲基四胺溶液(300 g/l)。

4.7 乙二胺四乙酸二钠标准溶液 $[C(C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O)0.01 \text{ mol/L}]$ 。称取 3.72 g EDTA 置于 400 mL 烧杯中，用热水溶解，冷却至室温。移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

4.8 镉标准溶液：称取 1.0000 g 纯镉(99.95%)置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(4.2)，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，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.001 g 镉。

4.9 醋酸锌标准滴定溶液 $[C[Zn(CH_3 \cdot COO)_2 \cdot 2H_2O]0.01 \text{ mol/L}]$ 。

4.9.1 配制：称取 2.2 g 醋酸锌 $[Zn(CH_3 \cdot COO)_2 \cdot 2H_2O]$ 置于 250 mL 烧杯中，用水溶解，加入 5 mL 醋酸(36%)，移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

4.9.2 标定：移取 10.00 mL 镉标准溶液(4.8)三份，分别置于三角烧瓶中加 50 mL 水。以下操作按 5.2.3 条进行。三份镉标准溶液所消耗醋酸锌标准滴定溶液体积的极差值不超过 0.05 mL 时，取其平均值。

醋酸锌标准滴定溶液的实际浓度按式(1)计算：

$$C = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_1 \times 0.1124} \dots\dots\dots (1)$$

式中: C_0 ——标定用镉标准溶液的浓度, g/mL;

V_0 ——移取镉标准溶液的体积, mL;

V_1 ——第二次滴定消耗醋酸锌标准滴定溶液的体积, mL;

0.1124——与 1.00 mL 醋酸锌标准滴定溶液 $\{C[Zn(CH_3 \cdot COO)_2 \cdot 2H_2O] = 1.00 \text{ mol/L}\}$ 相当的镉的质量, g。

4.10 二甲酚橙溶液(1 g/L)配后使用不超过一周。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1 g 试料, 精确至 0.0001 g。

5.2 测定

5.2.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸(4.2), 盖上表皿, 低温加热溶解, 驱尽氮的氧化物, 冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。

5.2.2 将镉量控制在 10 mg 左右分取试料溶液, 于 100 mL 烧杯中, 加入 2 mL 氯化钠溶液(4.5), 溶液中有氯化银白色沉淀生成。用中速定性滤纸过滤于三角瓶中, 用水洗涤杯壁及沉淀 3~4 次, 弃去沉淀, 滤液体积约 80 mL。

5.2.3 向滤液中依次加入 1 mL 硫脲溶液(4.4), 15 mL 六次甲基四胺溶液(4.6), 滴加 6 滴二甲酚橙溶液(4.10), 加入 15 mL EDTA 标准溶液(4.7), 摇匀。此时溶液由紫红色变为亮黄色, 然后用氨水(4.3)调至紫红色出现, 用硝酸(4.2)调至恰呈亮黄色, 加热至 35~45℃。用醋酸锌标准滴定溶液(4.9)滴定至由黄色转变为紫红色(不计数)。然后加入 30 g 碘化钾(4.1), 稍加热溶液复又变为亮黄色(若溶液不呈亮黄色可滴加硝酸(4.2)至恰呈亮黄色)。再用醋酸锌标准滴定溶液(4.9)滴定至呈紫红色为终点, 记下消耗醋酸锌标准滴定溶液的体积。

6 分析结果的计算

镉的百分含量按式(2)计算:

$$Cd(\%) = \frac{C \cdot V_0 \cdot V_1 \times 0.1124}{m \cdot V_2} \times 100 \quad (2)$$

式中: C ——醋酸锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_0 ——第二次滴定消耗醋酸锌标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——试料溶液稀释体积, mL;

V_2 ——分取试料溶液体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.1124——与 1.00 mL 醋酸锌标准滴定溶液 $\{C[Zn(CH_3 \cdot COO)_2 \cdot 2H_2O] = 1.00 \text{ mol/L}\}$ 相当的镉的质量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

镉 量	允 许 差
5.00~10.00	0.10
>10.00~15.00	0.15
>15.00~20.00	0.20
>20.00~25.00	0.25

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。

本标准由国营六一五厂负责起草。

本标准由济南电工合金厂起草。

本标准主要起草人 秦光亭 刘成俊 李秉宽

本标准自实施之日起，原 JB 4107.3—85《银氧化镉中镉含量的测定》作废。