中华人民共和国机械行业标准

银氧化镉电触头材料化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镉量

JB/T 7776.2—1995

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

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，使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处，测量吸光度。共存元素不干扰测定。

4 试剂

4.1　硝酸(1+1)。

4.2　镉标准溶液：称取 0.3000 g 纯镉(99.95%)置于 250 mL 烧杯中，加入 20 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，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.3 mg 镉。

5 仪器

原子吸收光谱仪，附镉空心阴极灯。

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：在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中，燃烧器转 90°，镉的特征浓度应不大于 0.15 μg/mL。

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

测量最低浓度标准溶液(不是"零"标准溶液)10 次吸光度，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：将工作曲线按浓度分成五段，最高段的标准溶液吸光度的差值，与最低段的标准溶液吸光度的差值之比，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

机械工业部 1995—10—09 批准　　1996—01—01 实施

按表1称取试料，精确至0.0001 g。

表1

镉含量 %	试料 g	分取体积 mL
5.00～15.00	0.1	10.00
>15.00～25.00	0.1	5.00

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3 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100 mL容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

6.3.2 按表1分取试料溶液，于100 mL容量瓶中，加入3 mL硝酸(4.1)，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228.8 nm处，燃烧器转90°，以水调零，与工作曲线溶液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镉浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取0，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00 mL镉标准溶液(4.2)，于一组100 mL容量瓶中，各加入3 mL硝酸(4.1)，稀释刻度、混匀。

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

7 分析结果的计算

镉的百分含量按式(1)计算：

$$Cd(\%)=\frac{C\cdot V_0\cdot V_1\times10^{-6}}{m\cdot V_2}\times100 \quad\cdots\cdots(1)$$

式中：C——自工作曲线上查得的镉浓度 μg/mL；

V_0——试料溶液的总体积，mL；

V_1——测定时溶液的体积，mL；

V_2——分取试料容液体积，mL；

m——试料的质量，g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2 %

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 录 A
仪器工作条件
（参考件）

使用 WFX—ID 型原子吸收光谱仪参考工作条件如下。

表 A1

波 长 nm	灯电流 mA	燃烧器高度 mm	光谱通带宽度 nm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
228.8	2	6.5	0.5	7	1

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。
本标准由机械工业部上海电器科学研究所起草。
本标准主要起草人 黄留庆 李永康