

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锌量

JB/T 7776.3—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锌量的测定方法。

本标准适用于银氧化镉电触头材料中锌量的测定。测定范围：0.10%~1.00%。

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 213.9 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 锌标准贮存溶液：称取 0.1000 g 纯锌(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 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 锌。

4.3 锌标准溶液：移取 10.00 mL 锌标准贮存溶液(4.2)，于 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 10 μg 锌。

5 仪器

原子吸收光谱仪，附锌空心阴极灯。

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，锌的特征浓度应不大于 0.01 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

按表 1 称取试料, 精确至 0.0001 g。

表 1

锌 含 量 %	试 料 g
0.10~0.20	0.5
>0.20~0.50	0.2
>0.50~1.00	0.1

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 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 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。

6.3.2 分取 10.00 mL 试料溶液, 于 100 mL 容量瓶中, 加入 1.5 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 213.9 nm 处, 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锌浓度。

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 锌标准溶液(4.3), 于一组 100 mL 容量瓶中, 各加入 2 mL 硝酸(4.1), 稀释至刻度, 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。以锌浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

锌的百分含量按式(1)计算:

$$\text{Zn}(\%) = \frac{C \cdot V_0 \cdot V_1 \times 10^{-4}}{m \cdot V_2} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中: C——自工作曲线上查得的锌浓度 $\mu\text{g/mL}$;

V_0 ——试料溶液的总体积, mL;

V_1 ——测定时溶液的体积, mL;

V_2 ——分取试料溶液体积, 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

%

锌 量	允 许 差
0.10~0.20	0.02
>0.20~0.50	0.04
>0.50~1.00	0.06

附录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 WFX—1F2 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	光谱通带宽度 nm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
213.9	1.5	10	0.4	6	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。

本标准主要起草人 张焕文 于晓光 王恩黎 黄留庆

www.bzxz.net

免费标准下载网