

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镍量

JB/T 7776.4—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镍量的测定方法。

本标准适用于银氧化镉电触头材料中镍量的测定。测定范围：0.05%~0.50%。

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，以盐酸沉淀分离银，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。共存元素不干扰测定。

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，加入 20 mL 硝酸(4.1)，盖上表面皿，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 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 μg 镍。

5 仪器

原子吸收光谱仪，附镍空心阴极灯。

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，镍的特征浓度应不大于 0.125 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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

镍 含 量 %	试 料 g
0.05~0.25	0.4
>0.25~0.50	0.2

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 250 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。

6.3.2 洗表皿及杯壁, 使溶液体积约为 30 mL 左右, 加入 1 mL 盐酸(4.2), 煮沸, 使氯化银沉淀凝聚, 溶液透明。冷却。

6.3.3 用中速滤纸将溶液过滤于 100 mL 烧杯中, 用热盐酸(2+98)洗涤烧杯和沉淀 3 次后, 将试液低温加热蒸发至约剩 2 mL 时取下, 冷却至室温。用盐酸(4.3)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度, 混匀。

6.3.4 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), 于一组 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

镍的百分含量按式(1)计算:

$$\text{Ni}(\%) = \frac{C \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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

V——试料溶液的总体积, 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

%

镍 量	允 许 差
0.05~0.15	0.02
>0.15~0.30	0.04
>0.30~0.50	0.05

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	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
232.0	6.0	8	0.7	4.5	0.9

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。

本标准由国营五零三厂起草。

本标准主要起草人 杨晓东 于晓光 李秉宽

*草庐一苇*提供优质文档，如果你下载的文档有缺页、模糊等现象或者遇到找不到的稀缺文件，请发站内信和我联系！我一定帮你解决！

本人有各种国内外标准 20 余万个， 包括全系列 **GB** 国标及国内行业及部门标准，全系列 **BSI** **EN** **DIN** **JIS** **NF** **AS** **NZS** **GOST** **ASTM** **ISO** **ASME** **SSPC** **ANSI** **IEC** **IEEE** **ANSI** **UL** **AASHTO** **ABS** **ACI** **AREMA** **AWS** **ML** **NACE** **GM** **FAA** **TBR** **RCC** 各国船级社…… 等大量其他国际标准。豆丁下载网址：
<http://www.docin.com/liuyx866>