

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镁量

JB/T 7776.7—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镁量的测定方法。

本标准适用于银氧化镉电触头材料中镁量的测定。测定范围：0.010%~0.050%。

### 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，消除有关元素干扰。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，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)，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 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的溶液中，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 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

称取 0.1 g 试料, 精确至 0.0001 g。

### 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 2 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, 加入 3 mL 硝酸镧溶液(4.2), 稀释至刻度, 混匀。

6.3.2 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), 于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 硝酸(4.1), 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

镁的百分含量按式(1)计算:

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

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

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 1 所列允许差。

表 1

%

镁 量	允 许 差
0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.005

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
285.2	1.0	12	0.4	6.0	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。

本标准由国营六一五厂负责并起草。

本标准主要起草人 王恩黎 曹兵 张焕文 邢桂珍