

银氧化镉电触头材料化学分析方法  
铬天青 S 分光光度法测定铝量

JB/T 7776.8—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铝量的测定方法。

本标准适用于银氧化镉电触头材料中铝量的测定。测定范围：0.05%~0.10%。

2 引用标准

GB 7728—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

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，过滤后残渣用焦硫酸钾熔融。用乙酸铵缓冲溶液控制酸度，使铝[Ⅲ]与铬天青 S 形成有色络合物。在分光光度计波长 610 nm 处，测量吸光度。

4 试剂

4.1 焦硫酸钾(固体)。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 纸浆(用定量滤纸浸煮制成)。

4.4 硫脲溶液(50 g/L)。

4.5 抗坏血酸溶液(10 g/L)。

4.6 阿拉伯胶溶液(5 g/L)。

4.7 铬天青 S 溶液(2 g/L)。用水溶解后如有不溶物过滤使用。

4.8 乙酸铵缓冲溶液(200 g/L)。

4.9 铝标准贮存溶液：称取 0.8792 g 硫酸铝钾 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$ ，置于 200 mL 烧杯中，用水溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 铝。

4.10 铝标准溶液：移取 10.00 mL 铝标准贮存溶液(4.9)，于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu\text{g}$  铝。

4.11 银溶液：称取 2.50 g 纯银(99.95%)置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(4.2)，盖上表皿，加热溶解，继续加热蒸发至约剩 2~3 mL 时取下，冷却至室温。移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 银。

4.12 镉溶液：称取 0.50 g 纯镉(99.95%)置于 250 mL 烧杯中，加入 5 mL 硝酸(4.2)，盖上表皿，加热溶解，继续加热蒸发至约剩 2~3 mL 时取下，冷却至室温。移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 镉。

5 仪器

分光光度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.5 g 试料，精确至 0.0001 g。

### 6.2 空白试验

移取 2.0 mL 银溶液(4.11)和 1.0 mL 镉溶液(4.12)，于 100 mL 容量瓶中。以下操作按 6.3.5 条进行。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(4.2)盖上表皿，加热溶解，蒸发至溶液表面出现皮膜状时取下，冷却至室温。用 25 mL 水溶解盐类，加约一牛角勺纸浆(4.3)，加热煮沸，用定量滤纸过滤于 200 mL 容量瓶中，洗涤滤纸及烧杯各 3 次(滤液保留)。

6.3.2 将滤纸和沉淀移入铂坩埚中，加热至坩埚中滤纸干燥后，移入马弗炉中，在炉温 700~800℃ 灼烧至滤纸灰化，取出冷却。

6.3.3 向铂坩埚中加 2 g 焦硫酸钾(4.1)，移入马弗炉中，在炉温 650~700℃ 熔融 30 min，取出放冷。

6.3.4 用温水浸取铂坩埚中溶块，合并于滤液中(6.3.1)，稀至刻度，混匀。

6.3.5 分取 10.00 mL 试料溶液，于 100 mL 容量瓶中，加入 5.0 mL 硫脲溶液(4.4)，2 mL 抗坏血酸溶液(4.5)，2 mL 阿拉伯胶溶液(4.6)，2.0 mL 铬天青 S 溶液(4.7)，加入 8 mL 乙酸铵缓冲溶液(4.8)，稀释至刻度，混匀。放置 25 min。

6.3.6 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以空白试验为参比，于分光光度计波长 610 nm 处测量吸光度，从工作曲线上查出相应的铝量。

### 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 铝标准溶液(4.10)，于一组 100 mL 容量瓶中，加 2.0 mL 银溶液(4.11)，1.0 mL 镉溶液(4.12)。以下操作按 6.3.5 和 6.3.6 条进行。以零浓度溶液为参比，测量吸光度。

6.4.2 以铝量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

铝的百分含量按式(1)计算：

$$Al(\%) = \frac{m_0 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_1 \cdot V_1} \times 100 \quad (1)$$

式中：  $m_0$ ——从工作曲线上查得的铝量， $\mu\text{g}$ ；

$V_0$ ——试料溶液的总体积，mL；

$V_1$ ——分取试料溶液体积，mL；

$m_1$ ——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

%

铝 量	允 许 差
0.05~0.07	0.010
>0.07~0.10	0.015

**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。

本标准由天津电工合金厂起草。

本标准主要起草人 赵世育 高四新 胡莹 李玉仁

[www.bzxz.net](http://www.bzxz.net)

免费标准下载网