

# 中华人民共和国机械行业标准

## 银氧化锡氧化铟电触头材料化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镍、锌和铟量

JB/T 7777.5—1995

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了银氧化锡氧化铟电触头材料中镍、锌和铟量的测定方法。

本标准适用于银氧化锡氧化铟电触头材料中镍、锌和铟量的测定。测定范围见表1。

表 1

元 素	Ni	Zn	In
含 量 %	0.03~1.00	0.05~1.00	1.00~5.00

### 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、硫酸分解，氯化银沉淀过滤分离银和锡的化合物，在稀酸介质中，使用空气—乙炔火焰，用原子吸收光谱仪，分别测量镍、锌和铟的吸光度。

### 4 试剂

4.1 硫酸( $\rho$  1.84 g/mL)。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 盐酸(1+1)。

4.4 镍标准溶液：称取 0.1000 g 纯镍(99.95%)置于 250 mL 烧杯中，加 5 mL 硝酸(4.2)，盖上表皿，加热溶解完全并赶尽氮的氧化物，冷却。用水冲洗表皿和烧杯，移入 1000 mL 容量瓶中并稀至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镍。

4.5 锌标准溶液：称取 0.1000 g 纯锌(99.95%)置于 250 mL 烧杯中，以下按 4.4 条进行加酸溶解稀释，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锌。

4.6 铟标准溶液：称取 2.0000 g 纯铟(99.95%)置于 250 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸(4.2)，以下按 4.4 条进行加热溶解稀释，混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铟。

### 5 仪器

原子吸收光谱仪，附镍、锌、铟空心阴极灯。

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、锌和铟的特征浓度应分别不大于 0.10  $\mu\text{g/mL}$ 、0.20  $\mu\text{g/mL}$  和 1.60  $\mu\text{g/mL}$ 。

**精密度：**用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是零标准溶液）测量 10 次吸光度，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：**将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，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 2 称取试料，精确到 0.0001 g。

表 2

镉 量 %	试料量 g	试液体积稀释倍数		
		镍 量 %	锌 量 %	倍 数 R
1.00~1.50	0.4	>0.10~1.00	>0.20~1.00	10
>1.50~2.00	0.3	>0.10~0.25	>0.25~1.00	5
		>0.25~1.00		10
>2.00~3.00	0.2	>0.20~1.00	>0.40~1.00	5
>3.00~5.00	0.1	>0.40~1.00	>0.80~1.00	4

### 6.2 空白试验

随同试料作空白试验。

### 6.3 测定

**6.3.1** 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中，加 5 mL 硝酸(4.2)和 2 mL 硫酸(4.1)，盖上表皿，加热至试料完全分解，驱除氮氧化物后，蒸至近干，稍冷，加 2 mL 硝酸(4.2)加热片刻。加约 25 mL 水和 4 mL 盐酸(4.3)，加热煮沸至氯化银沉淀凝聚，冷却。用水将试液连同沉淀一起移入 50 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。放置 30 min。

**6.3.2** 用两层慢速定性滤纸进行干过滤，滤液收集于干烧杯中。

**6.3.3** 使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪，参照附录 A 工作条件，以水调零，与系列标准溶液平行分别测量镍、锌和镉吸光度。

**6.3.4** 对于锌和镍含量较高的试料，按表 2 将滤液稀释时加 2 mL 硝酸(4.2)，按 6.3.3 条分别测量镍和锌的吸光度。

**6.3.5** 减去空白试验的吸光度，从工作曲线上分别查出相应的镍、锌和镉的浓度。

### 6.4 工作曲线的绘制

**6.4.1** 称取 0.2 g 纯银(99.95%)和 0.02 g 二氧化锡(99.95%)于一组 150 mL 烧杯中，按表 3 加入系列镍标准溶液(4.4)、锌标准溶液(4.5)和镉标准溶液(4.6)，以下按 6.3.1~6.3.3 条进行。

表 3

序 号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
镍标准溶液(4.4) mL	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00
锌标准溶液(4.5) mL	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	6.00	7.00	8.00
镉标准溶液(4.6) mL	0.00	0.50	1.00	2.00	2.50	3.00	4.00	4.50	5.00

**6.4.2** 减去零浓度溶液的吸光度，分别以镍，锌和镉浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

镍、锌和铟的百分含量按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{C \cdot V \cdot R \times 10^{-4}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: C——从工作曲线上查得的被测元素浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

V——试液的体积, mL;

R——试液稀释倍数(测铟、低含量镍和锌时 R 为 1);

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 4 所列允许差。

表 4

%

元 素	含 量	允 许 差
Ni	0.03~0.10	0.010
	>0.10~0.50	0.020
	>0.50~1.00	0.030
Zn	0.05~0.10	0.010
	>0.10~0.50	0.020
	>0.50~1.00	0.030
In	1.00~5.00	0.15

附 录 A  
仪器工作条件  
(参考件)

750 型原子吸收光谱仪测量镍、锌和镉的参考工作条件如表 A1。

表 A1

测定元素	波 长 nm	灯 电 流 mA	单色器通带 nm	燃 烧 器		空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
				高度 mm	位置		
Ni	232.0	6	0.3	7	横向	7.5	1.6
Zn	213.9	5	0.3	7	转角 30°	7.5	1.6
In	303.9	5	0.4	7	转角 5°	7.5	1.6

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。  
本标准由苏州合金材料厂起草，桂林电器科学研究所参加起草。  
本标准主要起草人 宋礼芳 柳雪珍 简兰香