

银氧化锌电触头材料化学分析方法
EDTA 容量法测定锌量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银氧化锌电触头材料中锌量的测定方法。

本标准适用于银氧化锌电触头材料中锌含量的测定。测定范围 4.00%~12.00%。

2 引用标准

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、银、镍、铝、镉及铋离子分别用硫脲，丁二酮肟，氟化铵，碘化钾掩蔽，用六次甲基四胺调节酸度，加溴甲酚绿作衬色剂，以二甲酚橙为指示剂，EDTA 标准溶液滴定。

4 试剂

4.1 硝酸(1+1)。

4.2 硫脲溶液(100 g/l)当日配制。

4.3 氟化铵溶液(50 g/l)。

4.4 丁二酮肟乙醇溶液(5 g/l)。

4.5 碘化钾溶液(600 g/l)。

4.6 六次甲基四胺溶液(100 g/l)。

4.7 锌标准溶液(0.01 mol/l)：称取 0.6538 g 纯锌(99.95%)置于 250 ml 烧杯，溶于 10 ml 硝酸(4.1)，移入 1000 ml 容量瓶。稀至刻度。

4.8 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[C(C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂·2H₂O)=0.01 mol/L]

4.8.1 配制：称 3.72 g 乙二胺四乙酸二钠，用水溶解，移入 1000 ml 容量瓶，稀释至刻度。摇匀。

4.8.2 标定：移取 10.00 ml 锌标准溶液(4.7)三份。分别置于 250 ml 锥形瓶中，按 5.2.2 条进行。

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液实际浓度按式(1)计算：

$$C_0 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：C₁——锌标准溶液浓度，mol/l；

V₁——锌标准溶液体积，ml；

V₀——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积，ml。

取三次标定结果平均值，三次标定所消耗 EDTA 标准滴定溶液毫升数的极差值，不超过 0.10 ml。

4.9 溴甲酚绿溶液(1 g/L)。0.1 g 试剂溶于 20 ml 乙醇后，稀释至 100 ml。

4.10 二甲酚橙溶液(2 g/L)。配后一周内使用。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1 g 试样精确至 0.0001 g。

5.2 测定

5.2.1 将试料(5.1)置于 250 ml 烧杯中,加入 10 ml 硝酸(4.1),低温加热溶解,除尽氮氧化物,取下冷却至室温。用水冲洗杯壁,移入 100 ml 量瓶中,稀释至刻度。摇匀。

5.2.2 准确移取(5.2.1)溶液 10.00 ml 入 250 ml 锥形瓶中,加入 40 ml 硫脲溶液(4.2),5 ml 氟化胺溶液(4.3),5 ml 丁二酮肟溶液(4.4),20 ml 碘化钾溶液(4.5),8 滴溴甲酚绿溶液(4.9),10 ml 六次甲基四胺溶液(4.6),5 滴二甲酚橙溶液(4.10),随后用 EDTA 标准滴定溶液(4.8)滴定由紫红色至黄绿色为终点。

6 分析结果的计算

锌百分含量按式(2)计算:

$$\text{Zn}(\%) = \frac{C_0 V_2 \cdot V_3 \times 0.06538}{m \cdot V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_2 ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.8)体积, ml;

C_0 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液实际浓度, mol/l;

0.06538——与 1.00 ml 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液相当的锌的质量, g;

V_3 ——试料溶液稀释体积, ml;

V_4 ——分取试料溶液体积, ml;

m ——试料质量, g。

7 允许差

试验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

锌 量	允 许 差
4.00~8.00	0.10
>8.00~12.00	0.15

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。

本标准由上海合金材料总厂负责并起草。

本标准主要起草人 李永康 凌向群 胡新绪