

银氧化锌电触头材料化学分析方法  
火焰原子吸收光谱法测定镁量

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镁量的测定方法。

本标准适用于银氧化锌电触头材料中镁量的测定。测定范围：0.010%~0.100%。

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，加入镧盐消除铝(Ⅲ)、硅(Ⅳ)等元素的干扰。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 硝酸镧溶液(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 容量瓶中并稀释至刻度。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)放入 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吸光度 10 次，并计算其吸光度平均值和标准偏差。其标准偏差应不超过吸光度平均值的 1.0%。

测量最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)，吸光度 10 次，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：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的标准溶液吸光度与最低段的标准溶液吸光度差值之比，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 1 称取试料，精确至 0.0001 g。

表 1

镁含量 %	允许差 g
0.01~0.05	0.5
>0.05~0.10	0.25

### 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 10 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。用水洗表皿及杯壁，移入 100 ml 容量瓶中，并稀释至刻度。混匀。

6.3.2 移取 20.00 ml 试料溶液，放入 100 ml 容量瓶中，加 3 ml 硝酸镧溶液(4.2)，稀释至刻度。混匀。

6.3.3 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，与标准溶液(6.4.1)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)，分别置于一组 100 ml 容量瓶中，加入 2 ml 硝酸(4.1)，加入 3 ml 硝酸镧溶液(4.2)稀释至刻度混匀。

6.4.2 在与试料溶液测定相同条件下，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

镁百分含量按下式计算：

$$\text{Mg}(\%) = \frac{C \cdot V_0 \cdot V_1 \cdot 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100$$

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

$V_0$ ——试料溶液的总体积，ml；

$V_1$ ——分取后试料溶液稀释体积，ml；

$V_2$ ——分取试料溶液的体积，ml；

m——试料的质量，g。

## 8 允许差

试验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

镁量	允许差
0.010~0.050	0.002
>0.050~0.100	0.008

附录 A  
仪器工作条件  
(参考件)

使用 WFX—IF<sub>2</sub> 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	单色器通带 nm	空气流量 L/min	乙 炔 流 量 L/min
285.2	1.0	12	0.4	6	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。

本标准由上海合金材料总厂负责起草。

本标准由国营六一五厂起草。

本标准主要起草人 王恩黎 于晓光 邢桂珍