

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 亚硝基 R 盐分光光度法测定钴量

GB/T 13747.8—92

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of cobalt content
-1-nitroso-2-hydroxy-3,6-naphthalene-disulfonic acid
(sodium salt) spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中钴含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中钴含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.005 0%。

2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
- GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
- GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用氢氟酸和硝酸溶解。在柠檬酸存在下,pH8左右,以 α -亚硝基- β -萘酚与三氯甲烷萃取钴。在乙酸钠介质中钴与亚硝基 R 盐生成红色络合物,于分光光度计波长 520nm 处测量其吸光度。

4 试剂

- 4.1 金属锆(钴含量<0.000 1%)。
- 4.2 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)。
- 4.3 硝酸(ρ 1.42g/mL)。
- 4.4 硫酸(ρ 1.84g/mL)。
- 4.5 氨水(ρ 0.90g/mL)。
- 4.6 三氯甲烷。
- 4.7 盐酸(1+1)。
- 4.8 硝酸(1+1)。
- 4.9 氨水(1+1)。
- 4.10 柠檬酸铵溶液:称取 50g 柠檬酸铵溶解于 100mL 水中,加入 70mL 氨水(4.5)。
- 4.11 混合酸:于 100mL 容量瓶中加入 10mL 盐酸(4.7)、1mL 硝酸(4.8),用水稀释至刻度,混匀。
- 4.12 乙酸钠溶液:称取 50g 乙酸钠($\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶解于 100mL 水中。
- 4.13 亚硝基 R 盐溶液(2g/L):称取 0.2g 亚硝基 R 盐溶解于 100mL 水中。
- 4.14 α -亚硝基- β -萘酚溶液(2g/L):称取 0.2g α -亚硝基- β -萘酚溶解于 5mL 氢氧化钠溶液(40g/L)中,

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施

GB/T 13747.8-92

过滤不溶物,用水稀释至 100mL。

4.15 钴标准贮存溶液:称取 0.100 0g 金属钴于 150mL 烧杯中,用 25mL 水和 10mL 硝酸(4.3)溶解,冷却。移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 钴。

4.16 钴标准溶液:移取 25.0mL 钴标准贮存溶液(4.15)于 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 10 μ g 钴。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1g。

表 1

钴 含 量, %	试 料,g
0.000 5~0.002	1.000 0
>0.002~0.005	0.500 0

6.2 空白试验

以标准溶液系列(6.4.1)的补偿溶液为空白试验溶液。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150mL 聚乙烯杯中,加入 5mL 水、2mL 氢氟酸(4.2),溶解试料。加入 1mL 硝酸(4.3)使溶液清亮。

6.3.2 加入 20mL 水、10mL 柠檬酸铵溶液(4.10),用氨水(4.9)调节至约 pH8。

6.3.3 将试液移入 100mL 分液漏斗中,加入 5mL α -亚硝基- β -萘酚溶液(4.14)、5mL 三氯甲烷(4.6),振荡 1min,静置分层,有机相移入 150mL 烧杯中。水相重复萃取一次,合并有机相。

6.3.4 在低温电热板上将有机相蒸干,加 5mL 硝酸(4.3)、2mL 硫酸(4.4),盖上表皿,在高温电热板上加热破坏有机物。开始冒烟后取下冷却,吹洗并移去表皿,再加热冒烟至干(如有黑色或褐色,应重复操作一次)。冷却。

6.3.5 加入 5mL 混合酸(4.11)溶解盐类,加入 5mL 乙酸钠溶液(4.12)、2mL 亚硝基 R 盐溶液(4.13),煮沸 1min,加入 3mL 硝酸(4.8),再煮沸 1min,冷却至室温,移入 25mL 比色管中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.6 将部分试液移入 2cm 吸收皿中,以补偿溶液为参比,于分光光度计波长 520nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的钴量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 称取 6 份与试料等量的金属钴(4.1)分别置于一组 150mL 聚乙烯杯中,分别加入 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50mL 钴标准溶液(4.16),补加水至 5mL 体积,加 2mL 氢氟酸(4.2)溶解。加入 1mL 硝酸(4.3)使溶液清亮。以下按 6.3.2~6.3.5 条进行。

6.4.2 将部分溶液移入 2cm 吸收皿中,以补偿溶液为参比,于分光光度计波长 520nm 处测量其吸光度。以钴量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算钴的百分含量:

GB/T 13747.8-92

$$Co(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的钴量， μg ；

m_0 ——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 2 所列允许差。

表 2

%

钴 含 量	允 许 差
0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.005 0	0.000 8

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人陈学源。