

中华人民共和国国家标准

UDC 669.245-492.2
:543.062

镍基合金粉化学分析方法 亚硝基R盐分光光度法测定钴量

GB 8638.7—88

Nickel base alloy powder—Determination of cobalt content
— Nitroso-R salt spectrophotometric method

本标准适用于镍基合金粉末中钴量的测定。测定范围:0.10%~3.00%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用酸分解,在柠檬酸铵、亚硝酸钠存在下,当溶液 pH 为 5.5~7.5 时,二价钴迅速被氧化至三价,与亚硝基 R 盐形成红色络合物,于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

2.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

2.4 硫酸(1+1)。

2.5 硫酸-磷酸混合酸:150 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)与 150 mL 磷酸(ρ 1.69 g/mL)及 700 mL 水混合。

2.6 氨性柠檬酸铵溶液(25%):称取 62.5 g 柠檬酸铵置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水溶解,加 5 mL 氢氧化铵(0.90 g/mL),用水稀释至 250 mL,混匀。

2.7 亚硝酸钠溶液(0.5%)。

2.8 1-亚硝基-2萘酚-3,6-二磺酸钠(亚硝基 R 盐)溶液(0.5%),用时现配。

2.9 钴标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯钴置于 250 mL 烧杯中,加 15 mL 硫酸(2.4),盖上表面皿,加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钴。

2.10 钴标准溶液:移取 50.00 mL 钴标准贮存溶液(2.9),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 钴。

2.11 钴标准溶液:移取 25.00 mL 钴标准贮存液(2.9),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 钴。

3 仪器

分光光度计。

4 分析步骤

4.1 测定次数

平行测定两次,取其平均值。

4.2 试样量

称取 0.200 0 g 试样。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.2)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(2.1)、2 mL 硝酸(2.2),低温加热溶解〔可加几滴氢氟酸(2.3)助溶〕。加 10 mL 硫酸-磷酸混合酸(2.5),继续加热蒸发至冒硫酸烟 1~2 min,取下稍冷。加 20 mL 水,微热溶解盐类,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.2 移取 5 mL 试液二份,分别置于 50 mL 容量瓶中,分别按 4.3.3 款及 4.3.4 款进行。

4.3.3 显色溶液:加 10 mL 氨性柠檬酸铵溶液(2.6)、1 mL 亚硝酸钠溶液(2.7)、5 mL 亚硝基 R 盐溶液(2.8),混匀,放置 1 min,加 10 mL 硫酸(2.4),在沸水中加热 30 s,取下,流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.4 参比溶液:加 10 mL 氨性柠檬酸铵溶液(2.6),10 mL 硫酸(2.4),混匀,加 5 mL 亚硝基 R 盐溶液(2.8)流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.5 将显色溶液及参比溶液移入 1~3 cm 比色皿中,以参比溶液(4.3.4)为参比,于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的钴量。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 称取不含钴的纯铁一份(其量相应于称样量)代替试样,以下按 4.3.1 款进行。

4.4.2 移取 5 mL 溶液(4.4.1)六份,分别置于一组 50 mL 容量瓶中,移取 0、1.00、3.00、5.00、7.00、10.00 mL 钴标准溶液(2.11)〔试样含钴量大于 1.00% 时,移取 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 mL 钴标准溶液(2.10)〕分别置于上述一组容量瓶中,以下按 4.3.3 款进行。

4.4.3 将显色溶液移入 1~3 cm 比色皿中,以标准系列中零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 530 nm 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。

5 分析结果的计算

按式(1)计算钴的百分含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的钴量, μg ;

V_1 ——分取试样溶液体积, mL;

V_0 ——试样溶液总体积, mL;

m_0 ——称样量, g。

6 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

%

钴 量	允 许 差
0.10~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05
>1.00~3.00	0.07

附加说明：

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人杨秋萍。