



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.20~223.22—94

钢铁及合金化学分析方法 电位滴定法测定钴量 5-Cl-PADAB 分光光度法测定钴量 亚硝基 R 盐分光光度法测定钴量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The potentiometric titration method for
the determination of cobalt content
The 5-Cl-PADAB spectrophotometric method
for the determination of cobalt content
The nitroso-R-salt spectrophotometric method
for the determination of cobalt content

1994-01-17 发布

1994-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法
5-Cl-PADAB 分光光度法测定钴量

GB/T 223.21-94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The 5-Cl-PADAB spectrophotometric method
for the determination of cobalt content

代替 GB 223.21-82

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用 5-Cl-PADAB 分光光度法测定钴量。

本标准适用于碳素钢和合金钢中钴量的测定。测定范围:0.005 0%~0.50%。

2 方法提要

试样经酸溶解后,在 pH 7~8 的溶液中,5-Cl-PADAB 与二价钴生成的配合物经稀硫酸酸化后,呈现稳定的紫红色,测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 硫酸(1+3)。

3.5 硫酸-磷酸混合酸:将 150 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL),缓慢倒入 700 mL 水中,并不断搅拌,稍冷,再加入 150 mL 磷酸(ρ 1.69 g/mL),混匀。

3.6 氨水(1+1)。

3.7 无水乙酸钠溶液(50%)。

3.8 柠檬酸铵溶液(10%)。

3.9 4-(5-氯-吡啶)偶氮-1,3-二氨基苯(5-Cl-PADAB)溶液(0.05%):称取 0.25 g 5-Cl-PADAB 置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,滴加 10 滴盐酸(3.2),微热溶解后,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.10 钴标准溶液

3.10.1 称取 0.100 0 g 金属钴(99.9%以上),置于 150 mL 烧杯中,加入 15 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热溶解后,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。

3.10.2 移取 10.00 mL 钴标准溶液(3.10.1)置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 钴。使用前配制。

3.10.3 移取 5.00 mL 钴标准溶液(3.10.1)置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μ g 钴。使用前配制。

国家技术监督局 1994-01-17 批准

1994-10-01 实施

4 分析步骤

4.1 试样量

称取 0.100 0 g 试样。

4.2 测定

4.2.1 将试样(4.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.5),盖上表皿,微热溶解。滴加硝酸(3.3)氧化,蒸发至冒硫酸烟 1~2 min。难溶于硫酸-磷酸混合酸(3.5)的试样,先用适宜比例的盐酸(3.1)-硝酸(3.3)混合酸溶解后,再加 10 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.5),加热蒸发至冒硫酸烟。如仍有不溶碳化物,小心滴加硝酸(3.3)至碳化物全部分解,再蒸发至冒硫酸白烟。取下稍冷。

4.2.2 加入 20 mL 水,微热溶解盐类。冷却至室温,移入容量瓶中(含钴量为 0.005%~0.050%),移入 50 mL 容量瓶中;大于 0.050%~0.50%,则移入 100 mL 容量瓶中),用水稀释至刻度,混匀。

4.2.3 移取试液 2 份(含钴量为 0.005%~0.050%,移取 10.00 mL;大于 0.050%~0.50%,移取 5.00 mL),分别置于 50 mL 容量瓶中,各加入 5 mL 柠檬酸铵溶液(3.8),分别按 4.2.3.1 及 4.2.3.2 进行。

4.2.3.1 显色液:以氨水(3.6)调节溶液至 pH7~8,加入 5 mL 无水乙酸钠溶液(3.7),2.0 mL 5-Cl-PADAB 溶液(3.9),在沸水浴中保温 5 min,取出,流水冷却至室温,加 20 mL 硫酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

4.2.3.2 参比液:加入与显色液调节 pH7~8 时所用的相近量的氨水(3.6),加 5 mL 无水乙酸钠溶液(3.7),20 mL 硫酸(3.4),2.0 mL 5-Cl-PADAB 溶液(3.9),用水稀释至刻度,混匀。

4.2.4 将部分显色液移入吸收皿中(含钴量为 0.005%~0.050%,用 2~3 cm 吸收皿;大于 0.050%~0.50%,用 1~2 cm 吸收皿),以参比液为参比,在分光光度计上于波长 570 nm 处,测量其吸光度。

4.2.5 从工作曲线上查出相应的钴量。

4.3 工作曲线的绘制

移取 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00 mL 钴标准溶液,分别置于 50 mL 容量瓶中,各加入 5 mL 柠檬酸铵溶液(3.8)。不加钴标准溶液的一份按 4.2.3.2 操作,此为参比液。加钴标准溶液的几份,按 4.2.3.1 操作,此为显色液。以下再按 4.2.4 操作。

以所得的各显色液的吸光度值为纵坐标,以相应的钴量为横坐标绘制工作曲线。

注:如试样含钴量为 0.005%~0.050%,用钴标准溶液(3.10.3);大于 0.050%~0.50%,则用钴标准溶液(3.10.2)。

5 分析结果的计算

按下式计算钴的百分含量:

$$\text{Co}(\%) = \frac{m_1 V}{m V_1} \times 100$$

式中: V ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_1 ——从工作曲线上查得的钴量, g;

m ——试样量, g。

6 精密度

本标准的精密度是在 1990 年选择 6 个水平由 8 个实验室共同试验结果确定的。精密度见下表。

水平范围, % (m/m)	重 复 性 r	再 现 性 R
0.010~0.34	$r=0.000\ 779\ 0+0.070\ 11\ m$	$R=0.001\ 364+0.128\ 7\ m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表中所列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

美析仪
MACY
MACY INSTRUMENTS
业光度计系列生产厂
//www.macylab.com TEL:400-616-

附录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

表 A1

数据 实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	0.0100	0.0175	0.0557	0.121	0.197	0.336
	0.0100	0.0170	0.0563	0.122	0.197	0.335
	0.0090	0.0168	0.0556	0.123	0.200	0.340
2	0.0090	0.0150	0.0565	0.121	0.188	0.320
	0.0085	0.0160	0.0525	0.118	0.186	0.340
	0.0095	0.0160	0.0565	0.118	0.178	0.336
3	0.0106	0.0181	0.0550	0.127	0.194	0.341
	0.0099	0.0184	0.0557	0.126	0.199	0.340
	0.0107	0.0181	0.0550	0.126	0.196	0.342
4	0.0132	0.0200	0.0620	0.146	0.194	0.352
	0.0115	0.0200	0.0560	0.140	0.206	0.354
	0.0130	0.0180	0.0640	0.142	0.208	0.360
5	0.0096	0.0165	0.0545	0.122	0.201	0.334
	0.0100	0.0160	0.0552	0.123	0.203	0.342
	0.0100	0.0160	0.0550	0.125	0.203	0.340
6	0.0116	0.0169	0.0568	0.120	0.198	0.329
	0.0093	0.0157	0.0555	0.133	0.185	0.302
	0.0112	0.0169	0.0565	0.134	0.183	0.305
7	0.0109	0.0161	0.0626	0.130	0.206	0.345
	0.0100	0.0165	0.0604	0.130	0.212	0.337
	0.0105	0.0170	0.0590	0.130	0.207	0.355
8	0.0112	0.0165	0.0535	0.122	0.195	0.348
	0.0105	0.0168	0.0520	0.120	0.205	0.365
	0.0100	0.0155	0.0531	0.135	0.215	0.346

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

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和抚顺钢厂起草。

本标准主要起草人王玉兴、孙景义。

本标准水平等级标记 GB/T 223.21—94 I

