中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 钴试剂光度法测定钴量

UDC 669.27:543
.42:546.73

GB 4324.7—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The 5-cl-PADAB photometric method for the
determination of cobalt content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中钴量的测定。测定范围：0.0007～0.012%。

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

试样以过氧化氢或氢氧化钠分解，用酒石酸钾钠络合主体钨，钴试剂在pH 6 ～ 7 的磷酸盐缓冲溶液中与钴形成橙红色络合物，在磷酸介质中，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 过氧化氢（比重1.10）。

2.2 硫酸（1 + 1）。

2.3 磷酸（6 M）。

2.4 氢氧化钠溶液（20%）。

2.5 酒石酸钾钠溶液（40%）。

2.6 4-〔（5-氯-2-吡啶）偶氮〕-1，3-二氨基苯（钴试剂）乙醇溶液（0.05%）。贮于棕色瓶中。

2.7 缓冲溶液：称取35.5g磷酸氢二钠溶于500ml水中；称取34g磷酸二氢钾溶于500ml水中，将二者混匀（pH6 ～ 7），备用。

2.8 酚酞乙醇溶液（0.1%）。

2.9 pH试纸（pH1 ～14）。

2.10 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

2.11 钴标准溶液

2.11.1 称取0.1000g金属钴（99.9%以上），置于250ml烧杯中，加10ml硝酸（1 + 1）溶解后，加10ml硫酸（2.1），加热至冒硫酸白烟，取下冷却，用水吹洗表皿及杯壁，加30ml水，煮沸，冷却，用水移入1000ml容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.1mg钴。

2.11.2 移取50.00ml钴标准溶液（2.11.1），置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.010mg钴。

3 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

4 分析步骤

4.1 测定数量

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

4.2 试样量

按表1称取试样量。

表1

钴，%	试样量，g
0.0007～0.0020	0.4000
0.0020～0.0080	0.2000
0.0080～0.012	0.1000

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 钨粉、钨条

4.4.1.1 将试样(4.2)置于250ml烧杯中，加1～2 ml水润湿，盖上表皿，在不断摇动下分2次徐徐加入10ml过氧化氢（2.1），放置分解，待剧烈反应停止后，再加5 ml过氧化氢（2.1），置低温处加热使试样分解完全（溶液清亮），用水冲洗表皿及杯壁（不再加盖），继续加热蒸发至干涸，并重复一次，取下冷却，加5 ml氢氧化钠溶液（2.4）加热溶解至溶液清亮，加10ml酒石酸钾钠溶液(2.5)、3 ml硫酸（2.2），冷却。

4.4 1.2 加1～2滴酚酞乙醇溶液（2.8），滴加氢氧化钠溶液（2.4）中和至溶液呈微红色，然后加硫酸（2.2）使红色褪去（pH6～7），用pH试纸检查。

4.4.1.3 用水稀释至约为40ml，加入1.50ml钴试剂乙醇溶液（2.6），混匀，加入5 ml缓冲溶液（2.7），混匀，将烧杯置于沸水浴中加热5 min，取下冷却至室温，用水移入100ml比色管中并控制体积不超过60ml，加入40ml磷酸（2.3），用水稀释至刻度，混匀。将部分溶液移入2 cm比色皿中。

4.4.1.4 以随同试样所做空白为参比，于分光光度计波长550 nm处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的钴量。

4.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

将试样（4.2）置于250ml烧杯中，加入5 ml氢氧化钠溶液（2.4），加热溶解至溶液清亮，加入10ml酒石酸钾钠溶液(2.5)、3 ml硫酸(2.2)，冷却。以下按4.4.1.2～4.4.1.4项进行。

4.5 工作曲线的绘制

移取0.00，0.25，0.50，1.00，1.50，2.00ml钴标准溶液（2.11.2），分别置于一组250ml烧杯中，分别用水稀释至约10ml，加10ml酒石酸钾钠溶液（2.5），以下按4.4.1.2～4.4.1.3项进行，以试剂空白为参比，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

按下式计算钴的百分含量：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的钴量，g；

m——试样量，g。

6 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　　量	允 许 差
0.0007～0.0015	0.0004
>0.0015～0.0025	0.0006
>0.0025～0.0050	0.0008
>0.0050～0.0080	0.0010
> 0.0080～0.0120	0.0012

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人刘庭柱、杨静娥。