

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法

5-Br-PADAP 光度法测定锌量

UDC 669.14/.15
: 543.06
GB 223.51—87

Methods for chemical analysis

of iron, steel and alloy

The 2-(5-Bromo-2-pyridylazo)-5-diethyl-
aminophenol photometric method for the
determination of zinc content

本标准适用于钢铁、高温合金、精密合金中锌量的测定。测定范围:0.0015%~0.005%。
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

在 pH8~9 有表面活性剂存在下,锌与 5-Br-PADAP 生成红色络合物,表观摩尔吸光系数 $\epsilon_{550} 1.3 \times 10^5$,在 25ml 体积中 0~12.5 μg 锌符合比尔定律。显色后 2h 内吸光度恒定不变。

显色液中存在 20 μg 铈,25 μg 铝、铈,40 μg 钒(IV)、碲,60 μg 铬(VI),100 μg 硒,200 μg 钼、钨无影响。当有 1ml 4% β -DTCPA 存在下可允许 5 μg 铋、镉,10 μg 铅,20 μg 锡存在。超过上述限量及铁、铜、镍、钴、锰的干扰,用离子交换分离法分离。

2 试剂

注:所用的试剂是优级纯或含锌极少的试剂。所用的容量瓶、烧杯等在使用前须用盐酸(2.2)煮沸或浸泡以除去锌。

- 2.1 盐酸($\rho 1.19\text{g/ml}$)。
- 2.2 盐酸(1+1)。
- 2.3 盐酸(1+5)。
- 2.4 盐酸(1+23)。
- 2.5 盐酸(1.7+1 000)。
- 2.6 硝酸($\rho 1.42\text{g/ml}$)。
- 2.7 硝酸(2+13)。
- 2.8 氢氧化钠溶液(10%)。
- 2.9 氢氧化钠溶液(3%)。
- 2.10 氢氧化钠溶液(0.5%)。
- 2.11 异辛基苯氧基聚乙氧基乙醇(简称 Triton X-100)(15+85)。
- 2.12 硫氰酸铵(钠)溶液(30%)。
- 2.13 [2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚](简称 5-Br-PADAP)溶液(0.05%);乙醇溶液。
- 2.14 对硝基酚指示剂(0.1%)。
- 2.15 缓冲溶液:12g 四硼酸钠溶于 800ml 水中,加 37.05ml 盐酸(1+11),用水稀释至 1 000ml,在 pH 计上用四硼酸钠或盐酸(1+11)调节至 pH8.5。

2.16 β -二硫代氨基丙酸(简称 β -DTCPA)溶液(4%)。

合成方法:称取4g β -氨基丙酸溶于20ml氢氧化铵(ρ 0.90/ml)。另取12ml二硫化碳溶于70ml无水乙醇中,用滴管将二硫化碳溶液缓慢地加入 β -氨基丙酸溶液中,逐渐有白色粉末状结晶析出,放置3h以上。加入50ml无水乙醇,摇匀后减压过滤,用无水乙醇洗涤至沉淀物无黄色为止。将沉淀移入培养皿中,置于干燥器中减压干燥(或在小于50℃恒温箱中干燥),放在干燥器中保存。干燥的成品可在干燥器中较长期的保存。在正常情况下,配成的 β -DTCPA可使用一星期。

2.17 无锌水:用不通过橡胶管道的交换水或电渗析水,或用石英蒸馏器蒸馏的蒸馏水。

2.18 锌标准溶液

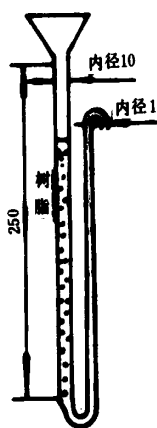
2.18.1 称取0.1245g预先在1000℃灼烧至恒量并在干燥器中冷却的基准氧化锌(ZnO),溶于5ml盐酸(2.1)中,以水稀释,移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1ml含100 μ g锌。

2.18.2 移取50.00ml锌标准溶液(2.18.1),置于1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1ml含5 μ g锌。

2.18.3 移取50.00ml锌标准溶液(2.18.2),置于500ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1ml含0.5 μ g锌。

2.19 强碱性阴离子交换树脂:用100筛目交联度为8%的251强碱性阴离子交换树脂,或用717树脂磨成80~100筛目,用水泡涨后,倾出水,加氢氧化钠溶液(2.8)浸泡24h,倾出碱液,用水清洗至近中性,加盐酸(2.2)浸泡去铁,更换盐酸(2.2)至溶液中无铁离子,以水漂洗至近中性。

2.20 离子交换柱的制备:将处理好的强碱性阴离子交换树脂搅匀注入盛满水的离子交换柱中,柱的一端是细管(内径约1mm),柱长为250mm,内径为10mm,底部充填厚约5mm脱脂棉(防止树脂流出),注入树脂高度约130~150mm,上面再塞些脱脂棉(防止注入溶液时搅动树脂),由脱脂棉加入量及填充密度,控制流速每分钟约1~1.5ml。细管端位置应高于树脂面10~15mm处,以保证柱内溶液在树脂面以上。用60ml盐酸(2.3)洗涤柱子,全部通过后,用50ml盐酸(2.5)洗脱可能带入的锌,再用40ml盐酸(2.3)洗涤柱子,备用。



3 分析步骤

3.1 试样量

称取0.5000g试样。

3.2 空白试验

随同试样做空白试验。

3.3 测定

3.3.1 将试样(3.1)置于 50ml 烧杯中,加 4ml 盐酸(2.1),盖上表皿,加热溶解(如试样不易溶解,可补加 2~5ml 盐酸(2.1)或滴加硝酸助溶),滴加 1ml 硝酸(2.6)氧化,蒸发至糖浆状,加 8ml 盐酸(2.2)溶解盐类,加 16ml 水,搅匀,冷却。

注:除含钛试样外,蒸发至干不影响结果。

3.3.2 将溶液分两次移入已准备好的离子交换柱中〔若试液中有沉淀(如硅、碳、钨酸等沉淀),可用盐酸(2.3)洗涤过 6 次的去锌滤纸过滤入交换柱中〕,用盐酸(2.3)洗涤烧杯、滤纸各三次,每次用 10ml;再用盐酸(2.3)洗涤柱子 6 次,每次用 10ml(若试液中含钼及钛多于 5mg 时多洗 5 次)。每次用 10ml 盐酸(2.4)洗涤,直至通过液无铁及钼为止〔用硫氰酸铵(钠)溶液(2.12)检查无红色或黄色(有钼存在时通过液显黄色)〕,再多洗二至三次,流出的溶液弃去。

3.3.3 以 50ml 容量瓶承接,分次加入 50ml 盐酸(2.5)洗脱锌,待测定用(此为待测液)。

用 40ml 盐酸(2.3)洗涤交换柱〔试液中含有钼时,先用 40ml 氢氧化钠溶液(2.8)洗涤后,以 50ml 水洗,然后以盐酸(2.3)洗。若试液中含有镉,以 80ml 硝酸(2.7)洗脱镉后,以 50ml 水洗,然后以盐酸(2.3)洗〕备用。

3.3.4 将待测液以水稀释至刻度,混匀。分取 5.00 或 10.00ml(试液中含锌小于 20 μ g,分取 10ml)试液,置于 25ml 容量瓶中,滴加 1 滴对硝基酚指示剂(2.14),先用氢氧化钠溶液(2.9)中和至黄色;以盐酸(2.4)中和至无色;再以氢氧化钠溶液(2.10)中和至黄色,以盐酸(2.5)中和至无色。试液中存在小于 10 μ g 铋、20 μ g 锡、10 μ g 铅时,加 1ml β -DTCPA 溶液(2.16)。

3.3.5 加 1ml Triton X-100 溶液(2.11)、2ml 缓冲溶液(2.15),摇匀,加 1ml 5-Br-PADAP 溶液(2.13),摇匀,以水稀释至刻度,混匀。放置 10min。

3.3.6 用 5 或 10ml 水,代替分取的试液,置于 25ml 容量瓶中,按 3.3.5 条同样操作,稀释至 25ml,混匀,作参比溶液。将显色液及参比液各移入 2cm 比色皿中,于分光光度计波长 550nm 处,测量其吸光度。

3.3.7 减去随同试样所做空白试验的吸光度,从工作曲线上查出相应的锌量。

3.4 工作曲线的绘制

移取 0.00, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 9.00ml 锌标准溶液(2.18.3)或 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50ml 锌标准溶液(2.18.2),分别置于 6 个 25ml 容量瓶中,各以水稀释至约 10ml,以下按 3.3.5 条进行。将部分溶液移入 2cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 550nm 处测量其吸光度。以锌量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4 分析结果的计算

按下式计算锌的百分含量:

$$\text{Zn}(\%) = \frac{m_1 V}{m_0 V_1} \times 100$$

式中: V_1 ——分取试液体积,ml;

V ——试液总体积,ml;

m_1 ——从工作曲线上查得的锌量,g;

m_0 ——试样量,g。

5 允许差

实验室之间分析结果的差值,应不大于表中所列允许差。用标准试样校验时,分析结果与标准试样

GB 223.51—87

的标准值之差,应不大于表中所列允许差的二分之一。

%

锌 量	允 许 差
0.0015~0.0025	0.0008
>0.0025~0.0050	0.0010

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

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。

本标准主要起草人曹宏耀。

本标准水平等级标记: GB 223.51—87 I