

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

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

UDC 669.14/.15
543.06
GB 223.51-87

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，表现摩尔吸光系数 $\epsilon_{550} 1.3 \times 10^4$ ，在 25ml 体积中 0~12.5 μ g 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 μ g 铈，25 μ g 铝、铈，40 μ g 钒(N)、铈，60 μ g 铬(VI)，100 μ g 硒，200 μ g 钼、钨无影响。当有 1ml 4% β -DTCPA 存在下可允许 5 μ g 铋、镉，10 μ g 铅，20 μ g 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($\rho 1.19$ 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($\rho 1.42$ 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)-5-二乙基氨基苯酚](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。

冶金工业部 1987-04-03 批准

1988-03-01 实施

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°C 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

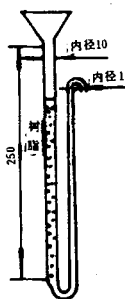
2.18.1 称取 0.1245g 预先在 1000°C 灼烧至恒量并在干燥器中冷却的基准氧化锌(ZnO),溶于 5ml 盐酸(2.1)中,以水稀释,移入 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1ml 含 100 μ g 锌。

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,用水泡胀后,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