

CB

中国船舶工业总公司部标准

CB 1160.1~1160.13-86

船舶螺旋桨用铸造铝铍钴青铜 化学分析方法

1986-04-14发布

1987-05-01实施

中国船舶工业总公司 批准

船舶螺旋桨用铸造铝铍钴青铜 化学分析方法 亚硝基R盐光度法测定钴量

CB 1160.5-86
组别: U05

本标准适用于船舶螺旋桨用铸造铝铍钴青铜中钴量的测定。测定范围: 0.50%~2.00%。

本标准遵守CB 1160.1-86《船舶螺旋桨用铸造铝铍钴青铜化学分析方法 总则》。

1 方法提要

试样用硝酸溶解,用乙酸-乙酸钠缓冲溶液控制pH 5~6。在加热煮沸的条件下使钴与亚硝基R盐显色反应完全,然后加入硝酸煮沸以消除铜等离子的干扰。冷却至室温后于分光光度计波长530nm处进行钴量的测定。

2 试剂

2.1 硝酸(1+1)。

2.2 氢氧化钠溶液(5%)。

2.3 盐酸(1+19)。

2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.7):称取200g无水乙酸钠溶于800mL水中,加入10mL冰乙酸(99.5%),用水稀释至1000mL混匀。

2.5 酒石酸钾钠溶液(10%)。

2.6 亚硝基R盐(简称NRS)溶液(1%),使用时配制。

2.7 铜标准溶液(10mg·mL⁻¹)。

2.8 钴标准溶液:称取0.5000g纯钴置于150mL锥形瓶中,加入10mL硝酸(2.1)加热溶解完全并煮沸驱尽氮的氧化物,冷却至室温后移入500mL容量瓶中,用水稀释至刻度混匀。此溶液1mL含1.0mg钴。

2.9 钴标准溶液:移取5.00mL钴标准溶液(2.8)置于250mL容量瓶中,加入5mL硝酸(2.1),用水稀释至刻度混匀。此溶液1mL含20.0μg钴。

3 分析步骤

3.1 称取0.2000g试样置于150mL锥形瓶中,加入10mL硝酸(2.1)加热溶解完全并煮沸驱尽氮的氧化物。冷却至室温后移入100mL容量瓶中,用水稀释至刻度混匀。

3.2 移取5.00mL试液(3.1)置于150mL锥形瓶中,滴加氢氧化钠溶液(2.2)至产生沉淀,再滴加盐酸(2.3)至沉淀恰好溶解并过量1~3滴。加入2mL酒石酸钾钠溶液(2.5)、10mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(2.4)、3.0mL NRS溶液(2.6)加热煮沸并保持30s,趁热加入5mL硝酸(2.1)继续加热煮沸并保持30s,取下冷却至室温移入50mL容量瓶中,用水稀释至刻度混匀。将部分显色液移入1cm比色皿中,以空白试验溶液为参比溶液,于分光光度计波长530nm处测量其吸光度,由工作曲线上查得钴量。

3.3 空白试验溶液:移取5.00mL试液(3.1)置于150mL锥形瓶中,加入5mL硝酸(2.1)、

2 mL 酒石酸钾钠溶液 (2.5)、3.0 mL NRS 溶液 (2.6) 加热煮沸并保持 30s。取下冷却至室温后移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度混匀。

3.4 工作曲线的绘制：取五只 150 mL 锥形瓶，各加入 1.0 mL 铜标准溶液 (2.7)，依次加入 0、1.00、3.00、5.00、7.00 mL 钴标准溶液 (2.9) 各加入水至总体积约为 10 mL 以下按 3.2 进行。以不加钴标准溶液的试液为参比溶液测量其吸光度。以钴量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4 分析结果计算

按下式计算钴的百分含量：

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

式中： m_1 ——分取试样溶液中钴的测得量，g；

B ——试样溶液的分取比；

m ——试样称取量，g。

5 允许差

%

钴 含 量	允 许 差
0.50 ~ 1.00	0.04
> 1.00 ~ 2.00	0.05

附加说明：

本标准由船舶材料标准归口组提出，由第七二五所归口。

本标准由第七二五所负责起草。

本标准主要起草人鄂永安。