ICS 77.080.01
CCS H 11

团 体 标 准

T/CSTM 01144—2022

CSTM标准发布使用

锌及锌合金 钴含量的测定
萃取分离-火焰原子吸收光谱法

Zinc and zinc alloys—Determination of cobalt content—Extraction separation-Flame atomic absorption spectrometric method

2022-12-14 发布 2023-03-14 实施

中关村材料试验技术联盟 发布

前　　言

本文件参照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国材料与试验标准化委员会综合标准化领域委员会（CSTM/FC99）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会综合标准化领域委员会（CSTM/FC99）归口。

CSTM标准发布使用

锌及锌合金 钴含量的测定 萃取分离-火焰原子吸收光谱法

重要提示：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了用萃取分离-火焰原子吸收光谱法测定金属锌及锌合金中钴的含量，包含原理、试剂、仪器、取制样、分析、结果计算、允许差、试验报告。

本文件适用于金属锌及锌合金中0.00005%～0.020%的钴含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 12805-2015　实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12806 - 2011 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808-2015　实验室玻璃仪器 单标线吸量管

HB/Z 207 有色金属材料化学分析用试样的取样规范

3　原理

试料用硝酸溶解。在 pH9.6～pH10.0 介质中，采用二乙基二硫代氨基甲酸钠（DDTC）-甲基异丁基甲酮萃取富集钴，并与基体锌分离，将有机相喷雾到原子吸收光谱仪的空气-乙炔火焰中，用钴空心阴极灯做光源，于波长 240.7nm 处分别测量钴的吸光度，计算出相应的钴的质量分数。

4 试剂

4.1　除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂和二次蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.2 硝酸，ρ 约 1.42g/mL，优级纯。

4.3 硝酸，ρ 约 1.42g/mL 稀释为 1+1。

4.4 氨水，ρ 约 0.90g/mL，优级纯。

4.5 氨水，ρ 约 0.90g/mL，稀释为 1+1。

4.6 甲基异丁基甲酮（MIBK）

CSTM标准发布使用

4.7 酒石酸钾钠溶液，500g/L

称取 50g 酒石酸，置于 250mL 烧杯中，加入 20mL 水溶解，将溶液移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.8 二乙基二硫代氨基甲酸钠（DDTC）溶液，20 g/L

称取 2g DDTC，置于 250mL 烧杯中，加入 20mL 水溶解，将溶液移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用时现配。

4.9 百里酚蓝指示剂溶液，1g/L

称取百里酚蓝 50mg，置于 250mL 烧杯中，用 10 mL 乙醇和 40 mL 水溶解，混匀。

4.10 锌溶液，0. 2 g/mL

称取 20g 超纯锌（质量分数≥99.995％），置于 250mL 烧杯中，缓慢加入 150 mL 硝酸（4.3），反应平缓后加热溶解，蒸发至 50 mL，冷却，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.11 钴标准溶液

4.11.1 钴标准储备溶液，0.500 mg/mL

称取 0.5000g 钴（质量分数≥99.99％），置于 250mL 烧杯中，加入 40mL 硝酸（4.3），加热溶解，冷却，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 0.500 mg 钴。

4.11.2 钴标准溶液 A，5.0 μg /mL

移取 10.00mL 钴标准储备溶液（4.11.1）于 500mL 容量瓶中，加 10 mL 硝酸（4.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 5 .0μg 钴。

4.11.3 钴标准溶液 B，1.0 μg/mL

分取 20.00mL 钴标准溶液 A（4.11.2）于 100mL 容量瓶中，加 10 mL 硝酸（4.3）用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1.0μg 钴。

5 仪器

5.1 一般要求

所有玻璃量器皿应符合 GB/T 12805-2015、GB/T 12806—2011 或 GB/T 12808-2015 规定的 A 级。

5.2 火焰原子吸收光谱仪

火焰原子吸收光谱仪，配备钴空心阴极灯，备有空气-乙炔燃烧器，附带数据读取系统和背景校正装置。空气-乙炔气体应纯净，能提供清澈稳定的贫燃火焰。所用火焰原子吸收光谱仪应满足下列指标：

CSTM标准发布使用

1 ）灵敏度最低要求：在与最终试液基体一致的溶液中，钴的特征浓度应不大于0.10μg/mL，检出限不大于0.01μg/mL。

2）最小精密度：用最高浓度的标准溶液，测量10次吸光度，计算其平均值和标准偏差。该标准偏差不超过该吸光度平均值的1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是浓度为零的标准溶液），测量10次吸光度，计算标准偏差。该标准偏差不超过最高浓度标准溶液吸光度平均值的0.5%。

5.3 校准曲线的线性

将校准曲线按浓度等分成五段，最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比不小于0.7。

6 取制样

按 HB/Z 207 或相应的国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料

如下称取试样，精确至 1mg：

a) 钴含量在 0.00005％～0.0002％范围内，称取 2.5g；

b) 钴含量在＞0.0002％～0.010％范围内，称取 0.5g。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试液制备

将试料置于 200mL 烧杯中，分次加入 15 mL 硝酸（4.3），加热蒸发至小体积，冷却。

7.3.2 萃取分离

将试液转移到 125mL 分液漏斗中，加 1mL 酒石酸钾钠溶液（4.7），1 滴百里酚蓝指示剂（4.9），滴加氨水调至溶液呈蓝色，滴加氨水（4.5）至氢氧化锌沉淀完全溶解。加入 2.0 mL DDTC 溶液（4.8）（此时有大量沉淀出现），混匀，用水稀释至 20 mL 左右，放置 2 min～3 min。加入 10 mL MIBK（4.6），振摇 1 min（此时沉淀应全部溶解），静止分层。弃去下层水相。在分液漏斗下塞少量脱脂棉，将有机相过滤到干的 25mL 比色管中。

7.3.3 测量

将有机相试液喷入原子吸收光谱仪的空气-乙炔火焰中，于 240.7nm 波长处，以空白试验溶液调零，分别测量钴的吸光度，从校准曲线上查出相应的钴的质量。

CSTM标准发布使用

7.4 校准曲线

7.4.1 校准溶液制备

7.4.1.1 钴含量在 0.00005％～0.0002％范围内的校准溶液

分取 0mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、5.00 mL 钴标准溶液 B（4.11.3）于 5 个 125㎖分液漏斗中，加入 1 mL 锌溶液（4.10）、加入 1mL 酒石酸钾钠溶液（4.7），以下按 7.3.2 分析手续进行。

7.4.1.2 钴含量在＞0.0002％～0.001％范围内的校准溶液

分取 0 、1.00mL 、2.00mL、4.00mL、5.00 mL 钴标准溶液 B（4.11.3）于 5 个 125㎖分液漏斗中，加入 1 mL 锌溶液（4.10）、加入 1mL 酒石酸钾钠溶液（4.7），以下按 7.3.2 分析手续进行。

7.4.1.3 钴含量在＞0.001％～0.010％范围内的校准溶液

分取 0 、1.00mL 、2.00mL、4.00mL、5.00 mL 钴标准溶液 A（4.11.2）于 5 个 125㎖分液漏斗中，加入 1 mL 锌溶液（4.10）、加入 1mL 酒石酸钾钠溶液（4.7），以下按 7.3.2 分析手续进行。

7.4.2 校准曲线绘制

将有机相试液喷入原子吸收光谱仪的空气-乙炔火焰中，于 240.7nm 波长处，以空白试验溶液调零，分别测量钴的吸光度，分别以钴的质量为横坐标、吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

8 结果计算

钴的含量以钴的质量分数w计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w_{Co} = \frac{(\rho-\rho_0)\times f\times V}{m\times 10^6}\times 100 \quad \text{……(1)}$$

式中：

ρ——自校准曲线上查得的试样溶液中钴的浓度，单位为微克/毫升（μg/mL）；

ρ_0——自校准曲线上查得的空白溶液中钴的浓度，单位为微克/毫升（μg/mL）；

V——测量试液的体积，单位为毫升（mL）；

f——稀释倍数；

m——试料的质量的数值，单位为克（g）。

9 允许差

平行测定结果间的差值应不大于表1所列的允许差。

CSTM标准发布使用

钴的质量分数 %	允许差 %
0.00010～0.00030	0.00009
＞0.00030～0.00060	0.0002
＞0.0006～0.0010	0.0003
＞0.0010～0.005	0.0005
＞0.005～0.010	0.001

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

a） 识别样品、实验室及分析日期所需的全部资料；

b） 引用本文件所用的方法；

c） 结果及表达形式；

d） 测量过程中观察到的异常现象；

e） 任何本文件中未规定的操作，或任何可能影响结果的操作；

f） 试验日期。

CSTM标准发布使用

附录 A
（资料性）
起草单位和主要起草人

本文件起草单位：钢研纳克检测技术股份有限公司，北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司，中关村材料试验技术联盟，首钢冶金研究院，北京钢研检验认证有限公司。

本文件主要起草人：符斌，郑国经，罗倩华，范小芬，陈鸣，王洋，唐凌天。

CSTM标准发布使用