

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
4—〔(5-氯-2-吡啶)偶氮〕-1,3-二
氨基苯光度法测定钴量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.37—86

代替 GB 1379—78

Methods for chemical analysis of iron ores
The 4 [(5-chloro-2-pyridyl)azo]-1,3 diamino-
benzene photometric method for the
determination of cobalt content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钴量的测定。测定范围：0.005~0.100%。
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pH 5的乙酸盐介质中，钴与5-Cl-PADAB形成组成为1:2的红色络合物，加入盐酸后，转变为稳定的酒红色络合物。在波长570 nm处，测量其吸光度，借此测定钴。

铜、镍和铁也与5-Cl-PADAB生成有色络合物，在沸水浴中加热时，铜和镍的有色络合物被破坏，而钴的络合物不被破坏。大量铁的干扰，在加显色剂前的溶液中，加入磷酸及在沸水浴中加热条件下，可以消除其影响。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 盐酸 (ρ 1.19g/ml)：优级纯。

2.3 盐酸 (1+1)：优级纯。

2.4 盐酸 (1+9)：优级纯。

2.5 磷酸 (15+85)：优级纯。

2.6 氢氧化铵 (1+1)。

2.7 乙酸钠溶液 (50%)：称取50g结晶乙酸钠，溶于水并稀释至100 ml，如浑浊须过滤后使用。

2.8 4—〔(5-氯-2-吡啶)偶氮〕-1,3-二氨基苯 (简称5-Cl-PADAB，或钴试剂) 乙醇溶液 (0.05%)：称取0.100g 5-Cl-PADAB于250 ml干燥的烧杯中，加180 ml无水乙醇，搅拌使溶解 (如有不溶物，可放置过夜或置于温水中1 h，仍不溶可过滤)，并用无水乙醇稀释至200 ml，移入干燥的棕色瓶中贮存。

2.9 钴标准溶液

2.9.1 称取0.1000g金属钴 (99.9%)，置于250 ml烧杯中，加10 ml硝酸 (1+1)，加热溶解后，加5 ml硫酸 (1+1)，继续加热至冒浓厚白烟5~8 min，取下，冷却。加入15~20 ml水，摇动溶液，加热煮沸2~3 min，冷却至室温。移入1000 ml容量瓶中，用水冲洗烧杯，并稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100.0 μ g钴。

2.9.2 移取10.00 ml钴标准溶液 (2.9.1) 置于1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含1.0 μ g钴。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于 $100\mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物含量高时，其粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

3.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

钴量, %	试样量, g	分取试液, ml
0.005~0.010	0.2000	20.00
>0.010~0.050	0.2000	10.00~5.00
>0.050~0.10	0.1000	10.00~5.00

4.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

将试样（4.2），置于25ml刚玉坩埚中，加2~3g过氧化钠（2.1）混匀，再以1g覆盖表面。在700℃左右熔融5~10min。取出摇动，冷却后将其放入250ml烧杯中，从杯嘴注入25~30ml温水，待剧烈作用停止后，用少量热盐酸（2.4）洗出坩埚，煮沸5~10min，冷却。加15~20ml盐酸（2.3），加热至沉淀溶解后，煮沸5~10min，冷却。分别用氢氧化铵（2.6）和盐酸（2.3）调至氢氧化铁沉淀恰好溶解，煮沸2~3min，冷至室温，移入100ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

注：形成钴-5-Cl-PADAB络合物的酸度很重要（本法要求 $\text{pH} 5.0 \pm 0.7$ ），因此在使用氢氧化铵和盐酸调节溶液酸度时，当大部分氢氧化铁沉淀溶解后，每加1滴盐酸（2.3）均应充分摇动并放置片刻，直至氢氧化铁沉淀恰好溶解为止（此时溶液应为 $\text{pH} 2$ 左右）。

4.5.2 测量

4.5.2.1 用中速滤纸干过滤，按表1移取部分溶液置于50ml容量瓶中，加1ml磷酸（2.5），摇动溶液并放置2~3min。

4.5.2.2 加4ml乙酸钠溶液（2.7），混匀，准确加入1.0ml 5-Cl-PADAB乙醇溶液（2.8），混匀。将容量瓶放入沸水浴中加热5min，取出，放置2~3min（放置后的溶液温度不应低于50℃），在不断摇动下加15ml盐酸（2.3），以流水冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀（应避免太阳光直接照射溶液）。

4.5.2.3 将部分溶液移入2cm比色皿中，以随同试样空白为参比，于分光光度计波长570nm处，测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的钴量。

注：在一般情况下，钛不妨碍测定，如测量吸光度前发现钛水解使溶液浑浊时，可重新分取试液，加磷酸以前加2 ml氟化钾溶液（10%），可消除10 mg二氧化钛的影响。但绘制工作曲线时，须加入相同量的氟化钾。

4.6 工作曲线的绘制

移取0.00, 1.00, 2.00, 4.00……10.00 ml钴标准溶液（2.9.2），分别置于一组50 ml容量瓶中，用水稀释至10 ml，各加1 ml磷酸（2.5），摇动溶液，放置2 ~ 3 min，以下按4.5.2.2进行，将部分溶液移入2 cm比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长570 nm处，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

5.1 按下式计算钴的百分含量：

$$\text{Co}(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \times K$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的钴量， μg ；

m ——试样量，g；

V ——试液总体积，ml；

V_1 ——分取试液体积，ml；

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数（如使用预干燥试样，则 $K = 1$ ）， A 是

按GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收：

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表2所列的允许差时，则试样分析值有效，否则无效，应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差，不大于表2所列允许差时，则可予以平均，计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时，则应按附录A的规定，进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算：

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第六位，并按数字修约规则的规定修约至小数第四位或第三位。

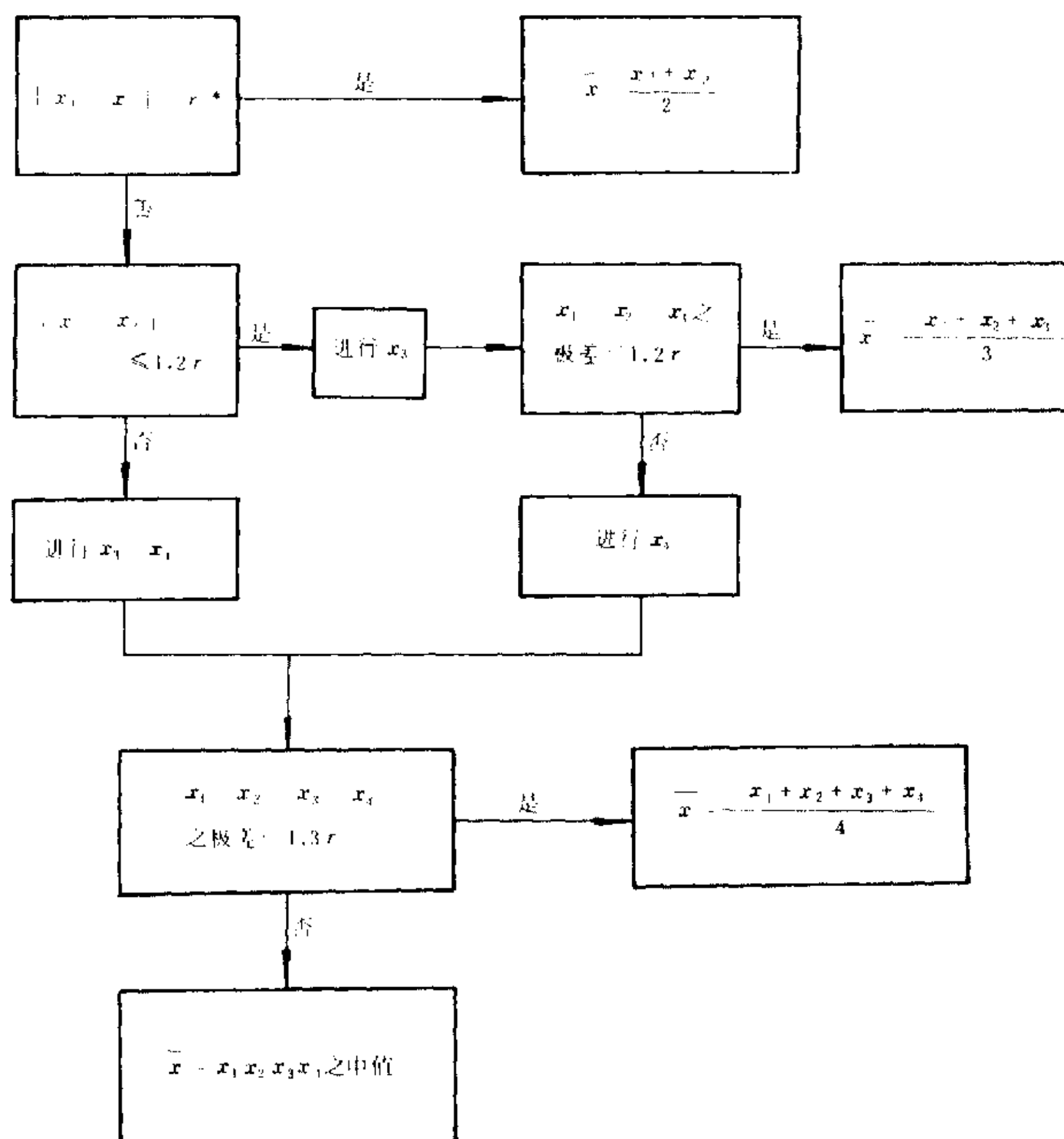
6 允许差

表 2

%

钴 量	标样允许差	试样允许差
0.0050~0.0100	± 0.0007	0.0009
$>0.0100 \sim 0.050$	± 0.002	0.003
$>0.050 \sim 0.100$	± 0.004	0.005

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由中国有色金属工业总公司矿产地质研究院起草。

本标准主要起草人张吉念、张玉清。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 506—65《钒钛磁铁矿化学分析方法》中钴的测定作废。

* r即表 2 中所列允许差。