

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
亚硝基-R盐光度法测定钴量

Methods for chemical analysis of iron ores
The nitroso R salt photometric
method for the determination of cobalt content

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.38—86

代替 GB 1379—78

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：0.020～0.500%。
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

试样用过氧化钠熔融，水浸取，盐酸酸化，调整溶液至pH约为2。加入磷酸二氢钾可掩蔽铁并能控制溶液为pH2.5～3.5，在加热条件下，亚硝基-R盐与钴生成稳定的红色络合物，于波长530nm处，测量其吸光度，借此测定钴量。

铜、镍等与显色剂生成的有色络合物，加入硫酸并煮沸后可被消除。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 硫酸（3+2）。

2.3 盐酸（1+1）。

2.4 氢氧化钾溶液（30%）。

2.5 磷酸二氢钾溶液（20%）。

2.6 铁溶液（10mg/ml）：称43g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于100ml水中，加20ml盐酸（2.3），用脱脂棉过滤于500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.7 亚硝基-R盐溶液（0.6%）。

2.8 钴标准溶液

2.8.1 称取0.1000g金属钴（99.9%）溶于10ml硝酸（1+1）中，微热至完全溶解后，加5ml硫酸（1+1），加热至冒浓厚白烟，取下冷却，加约50ml水，煮沸冷却后移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1ml含100.0μg钴。

2.8.2 移取10.00ml钴标准溶液（2.8.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10.0μg钴。

2.8.3 移取20.00ml钴标准溶液（2.8.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含20.0μg钴。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100μm，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160μm。

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

称取 0.5000 g 试样。

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 30 ml 刚玉坩埚中，加 3 ~ 4 g 过氧化钠（2.1），混匀。再以 1 g 过氧化钠覆盖表面，在 700 °C 左右熔融 5 ~ 10 min，取出摇动，冷后将坩埚放入 250 ml 烧杯中，加约 50 ml 温水浸取熔融物，加盐酸（2.3）酸化（约需 15 ml 盐酸），用水洗出坩埚，煮沸 2 ~ 3 min，稍冷，用氢氧化钾溶液（2.4）和盐酸（2.3）调整溶液的 pH 约为 2（此时溶液由黄色变为稳定的橙色，不应有氢氧化铁沉淀析出），冷至室温后，移入 100 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。如溶液浑浊，则用慢速滤纸过滤或澄清。

注：1 易为酸分解的试样，用盐酸（ ρ 1.19 g/ml）、硝酸（ ρ 1.42 g/ml）、硫酸（ ρ 1.84 g/ml）分解，冒硫酸白烟后，稀释，调整溶液的 pH 约为 2，冷至室温，移入 100 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。以下按 4.5.2 进行。

2 铝、钛易于水解，调整 pH 过程中，大部分进入沉淀，故在一般情况下不影响测定。如遇高钛试样或水解不完全而在显色过程中再度水解析出沉淀时，可用离心分离的方法取清液测量。

4.5.2 测量

4.5.2.1 按表 1 同时移取二份试液，分别置于 2 个 50 ml 容量瓶中。

表 1

铬量 %	分取试液量 ml	铬标准溶液 $\mu\text{g/ml}$	移取标准溶液 ml					比色皿 cm
0.020 ~ 0.100	10.00	10.0	0.00	1.00	2.00	4.00	6.00	2
0.100 ~ 0.500	5.00	20.0	0.00	2.00	3.00	4.00	6.50	1

注：含铬量在 1 % 以上的试样，将移取的试液放入 100 ml 烧杯中，加盐酸使成（1 + 1）的盐酸溶液，加热浓缩至 3 ~ 5 ml 后，铬便完全还原为三价，冷后，将溶液转入 50 ml 容量瓶中，用少许水洗净烧杯，以下按 4.5.2.2 ~ 4.5.2.4 进行。

4.5.2.2 其中一份加入 10 ml 磷酸二氢钾溶液（2.5），混匀，加 5 ml 亚硝基-R 盐溶液（2.7），混匀。置沸水浴中加热 2 min，取出，加 5 ml 硫酸（2.2），摇动使沉淀溶解，再加热 1 min，取出，流水冷却，以水稀释至刻度，混匀。

4.5.2.3 另一份加入与 4.5.2.2 相同的试剂，但要先加硫酸（2.2）并加热 1 min 后加亚硝基-R 盐，再加热 2 min，取出，流水冷却，以水稀释至刻度，混匀。

4.5.2.4 将部分溶液移入（表 1）所规定的比色皿中，以试液（4.5.2.3）为参比，于分光光度计波长 530 nm 处，测量其吸光度。减去随同试样空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的铬量。

4.6 工作曲线的绘制

按表 1 移取钴标准溶液分别置于 5 个 50ml 容量瓶中, 各加 3.5ml 铁溶液 (2.6), 用氢氧化钾溶液 (2.4) 和盐酸 (2.3) 调至 pH 2 左右, 以下按 4.5.2.2 中相应步骤进行。将部分溶液移入 (表 1) 所规定的比色皿中, 以试剂空白为参比, 于分光光度计波长 530 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五位, 并按数字修约规则的规定修约至小数第三位。

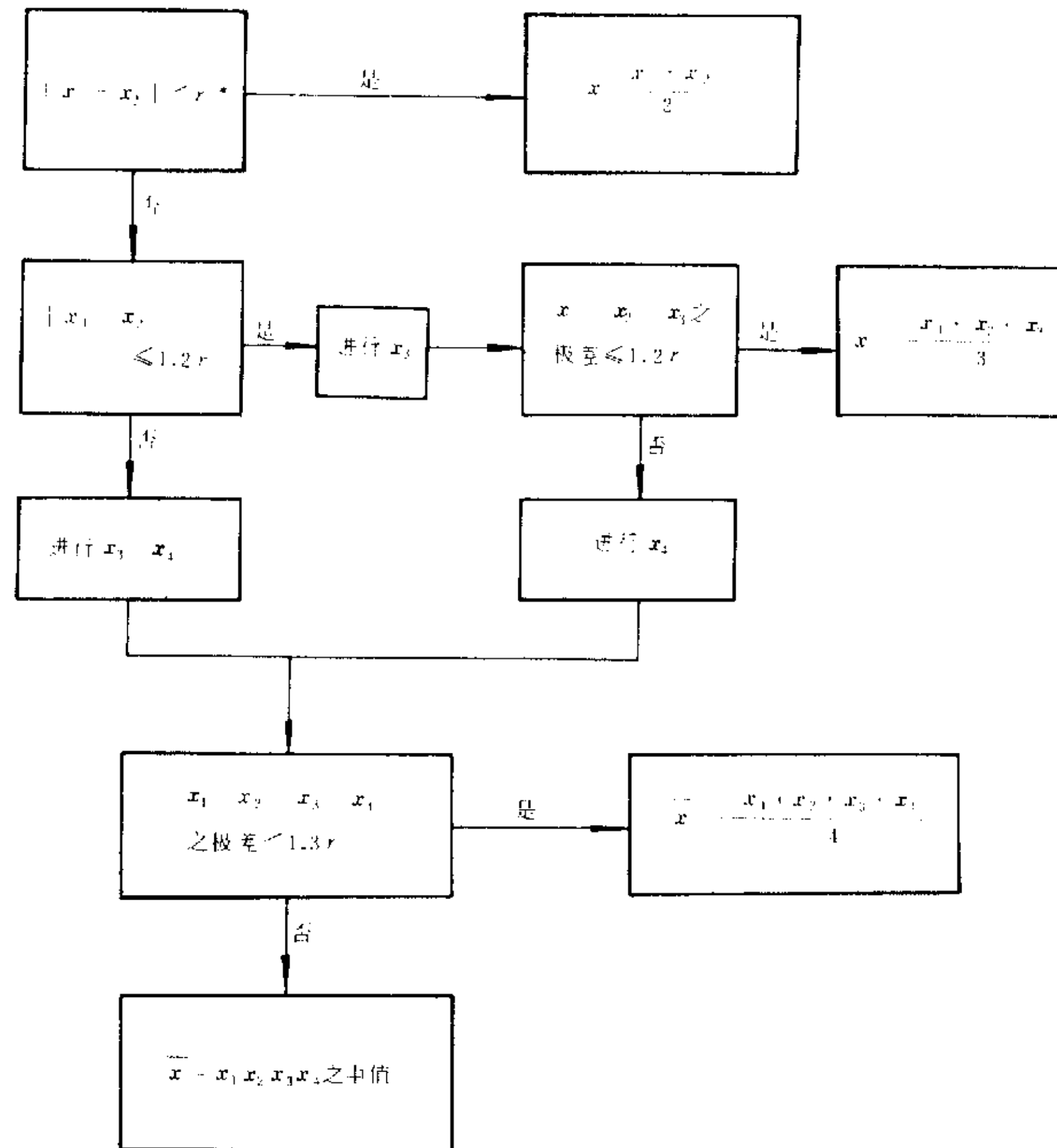
6 允许差

表 2

g/g

钴 量	标样允许差	试样允许差
0.020~0.050	± 0.002	0.003
>0.050~0.100	± 0.004	0.005
>0.100~0.500	± 0.008	0.010

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。

本标准由大宝山矿起草。

本标准主要起草人宋全盛。

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。