



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.38—2017  
代替 GB/T 6730.38—1986

---

## 铁矿石 钴含量的测定 亚硝基-R 盐分光光度法

Iron ores—Determination of cobalt content—  
Nitroso-R salt spectrophotometric method

2017-09-07 发布

2018-06-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为几十个部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 38 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 6730.38—1986《铁矿石化学分析方法 亚硝基-R 盐光度法测定钴量》，本部分与 GB/T 6730.38—1986 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 标准名称修改为“铁矿石 钴含量的测定 亚硝基-R 盐分光光度法”；
- 增加了“警告”“范围”“规范性引用文件”“仪器设备”“试验报告”等章条及内容，原章条序号做相应改变；
- 明确并规范了取样和制样的具体要求；
- “试样量”改为“试料量”，并明确了称量精度；
- 为方便使用增加了调节 pH 值的细节描述；
- 删除了式(1)中的系数“K”及对“K”的表述；
- 删除表 2 中“标样允许差”列。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：宁波检验检疫科学技术研究院、中国检验认证集团宁波有限公司、冶金工业信息标准研究院、宁波经济技术开发区博伦海事检定事务所、鞍钢集团矿业有限公司。

本部分主要起草人：付冉冉、刘永丰、刘水清、黄世杰、张爱珍、荣德福、廖海平、陈贺海、陈自斌、应海松、王旭。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6730.38—1986。

# 铁矿石 钴含量的测定 亚硝基-R 盐分光光度法

**警告——**使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规规定的条件。

## 1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了亚硝基-R 盐分光光度法测定钴含量。

本部分适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钴含量的测定。测定范围(质量分数):0.020%~0.500%。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

## 3 原理

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。加入磷酸二氢钾掩蔽铁并控制溶液为 pH 值为 2.5~3.5,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 530 nm 处,测量其吸光度,从钴校准曲线读出浓度值。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。

## 4 试剂及材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 过氧化钠( $\text{Na}_2\text{O}_2$ )。

4.2 盐酸, $\rho$  约 1.16 g/mL。

4.3 硝酸, $\rho$  约 1.42 g/mL。

4.4 硫酸, $\rho$  约 1.84 g/mL。

4.5 盐酸,1+1。

4.6 硝酸,1+1。

4.7 硫酸,3+2。

4.8 硫酸,1+1。

4.9 氢氧化钾溶液,300 g/L。

4.10 磷酸二氢钾溶液,200 g/L。

4.11 铁溶液(10 g/L):称 43 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 100 mL 水中,加 20 mL 盐酸(见 4.5),用脱脂棉过滤于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.12 亚硝基-R 盐溶液,6 g/L。

4.13 钴储备溶液,称取 0.100 0 g 金属钴(99.9%)溶于 10 mL 硝酸(见 4.6)中,微热至完全溶解后,加 5 mL 硫酸(见 4.8),加热至冒浓厚白烟,取下冷却,加约 50 mL 水,煮沸冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液含钴 100.0  $\mu\text{g/mL}$ 。或购买 1 000  $\mu\text{g/mL}$  有证钴标准溶液。

4.14 钴标准溶液,10.0  $\mu\text{g/mL}$ 。由钴储备溶液(4.13)稀释得到。

4.15 钴标准溶液,20.0  $\mu\text{g/mL}$ 。由钴储备溶液(4.13)稀释得到。

## 5 仪器设备

分析中除非特别说明,使用通常实验室仪器。单标线容量瓶、单标线移液管应分别符合 GB/T 12806 和 GB/T 12808 的规定。

5.1 分光光度计。

5.2 马弗炉。

5.3 刚玉坩埚,30 mL。

## 6 取样和制样

### 6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取制样。一般试样粒度应小于 100  $\mu\text{m}$ ,如试样中化合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于 160  $\mu\text{m}$ 。

注:化合水和易氧化物含量高的规定参见 GB/T 6730.1。

### 6.2 预干燥试样

预干燥不影响试样组成者按照 GB/T 6730.1 进行预干燥试样。用非磁性材料充分混匀实验室样品,并用非磁性刮勺从整个容器中以份样缩分法取样,在 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  下干燥试样。

## 7 分析步骤

### 7.1 测量次数

按照附录 A,对同一预干燥试样,至少独立测定两次。

注:“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着在同一实验室,由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法,在短时间内对同一被测对象独立进行重复测定,包括采用适当的再校准。

### 7.2 试料量

称取 0.50 g 预干燥试样(6.2),准确至 0.000 1 g。

7.3 空白试验和验证试验

7.3.1 空白试验

随同试验样分析做空白试验,所有试剂取自同一试剂瓶。

7.3.2 验证试验

随同试验样分析同类型标准样品做验证试验。

7.4 测定

7.4.1 试料的分解

酸溶法:易被酸分解的试样,向试样(见 7.2)中加入 15 mL 盐酸(见 4.2)、3 mL 硝酸(见 4.3)、3 mL 硫酸(见 4.4),置于电炉上加热分解,冒硫酸白烟后,取下,加水稀释,滴加氢氧化钾溶液(见 4.9)并摇动直到 5 min 内沉淀不溶解,再滴加盐酸(见 4.5)至沉淀刚好溶解(此时 pH 值约为 2,溶液由黄色变为稳定的橙色,不应有氢氧化铁沉淀析出),冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。以下按 7.4.2 进行。

碱熔法:将试样(见 7.2)置于 30 mL 刚玉坩埚中,加 3 g~4 g 过氧化钠(见 4.1),混匀,再以 1 g 过氧化钠覆盖表面,放入马弗炉中,700 ℃左右熔融 5 min~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(见 4.5)酸化(约需 15 mL 盐酸),用水洗出坩埚,煮沸 2 min~3 min,稍冷,滴加氢氧化钾溶液(见 4.9)并摇动直到 5 min 内沉淀不溶解,再滴加盐酸(见 4.5)至沉淀刚好溶解(此时 pH 值约为 2),冷却至室温后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。如溶液浑浊,则用慢速滤纸干过滤或静置澄清。以下按 7.4.2 进行。

注:铌、钛易于水解,调整 pH 过程中,大部分进入沉淀,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或者静置取上清液。

7.4.2 配制溶液

根据浓度配制试验溶液(见表 1),同时取 2 份试样溶液(见 7.4.1)于 50 mL 容量瓶中,随同处理空白试液。

表 1 不同浓度范围下分取试液量

钴含量 %	分取试液量 mL	采用 校准曲线	比色皿 cm
0.020~0.100	10	A	2
0.100~0.500	5	B	1

对于铬含量在 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 mL~5 mL 后,铬便完全还原为三价,取下冷却,将溶液转入 50 mL 容量瓶中,用少许水洗净烧杯,以下分别按 a)和 b)进行:

- a) 一份加入 10 mL 磷酸二氢钾溶液(见 4.10),混匀,加 5 mL 亚硝基-R 盐溶液(见 4.12),混匀。置沸水浴中加热 2 min,取出,加 5 mL 硫酸(见 4.7),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。
- b) 另一份加入 10 mL 磷酸二氢钾溶液(见 4.10),混匀,加 5 mL 硫酸(见 4.7),摇动使沉淀溶解,再加热 1 min,取出,再加 5 mL 亚硝基-R 盐溶液(见 4.12),混匀,置沸水浴中加热 2 min,取

出,流水冷却,以水稀释至刻度,混匀。

### 7.4.3 测量

按照仪器操作说明书,调节仪器,设定波长 530 nm,待仪器稳定后,按吸光度递增的顺序,将溶液移入表 1 所规定的比色皿中,以试剂空白为参比,测量其吸光度。以钴浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

将待测溶液 7.4.2 a) 移入表 1 所规定的比色皿中,以试液 7.4.2 b) 为参比,于波长 530 nm 处,测量其吸光度,减去随同试样空白的吸光度。从校准曲线上得出相应的钴浓度。

### 7.5 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 钴标准液(见 4.14)于 5 个 50 mL 容量瓶中,各加 3.5 mL 铁溶液(见 4.11),用氢氧化钾溶液(见 4.9)和盐酸(见 4.5)调至 pH 值为 2 左右,以下按 7.4.2 中相应步骤进行,配成校准曲线 A。

分别移取 0.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、6.50 mL 钴标准液(见 4.15)于 5 个 50 mL 容量瓶中,同样方法配成校准曲线 B。

## 8 结果计算及其表示

### 8.1 钴含量的计算

按式(1)计算试样中钴含量(质量分数) $w(\text{Co})$ ,其数值以百分数表示。

$$w(\text{Co}) = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times V_2}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c_1$  ——试液浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$c_0$  ——空白浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试料量,单位为克(g);

$V_1$  ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——分取后的定容体积,单位为毫升(mL)。

### 8.2 分析结果的一般处理

#### 8.2.1 允许差



分析结果的允许差列于表 2。

表 2 允许差

%

钴含量(质量分数)	允许差 $r$
0.020~0.050	0.003
>0.050~0.100	0.005
>0.100~0.500	0.010

#### 8.2.2 分析结果的确定

根据附录 A 的程序,按式(1)计算两个独立测量结果,并与允许差  $r$  进行比较,来确定实验室最终

分析结果。

### 8.2.3 最终结果的处理

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数点后第 5 位,并按数字修约规则修约至小数点后第 3 位(0.100%以下)或第 2 位(0.100%~0.5 00%)。

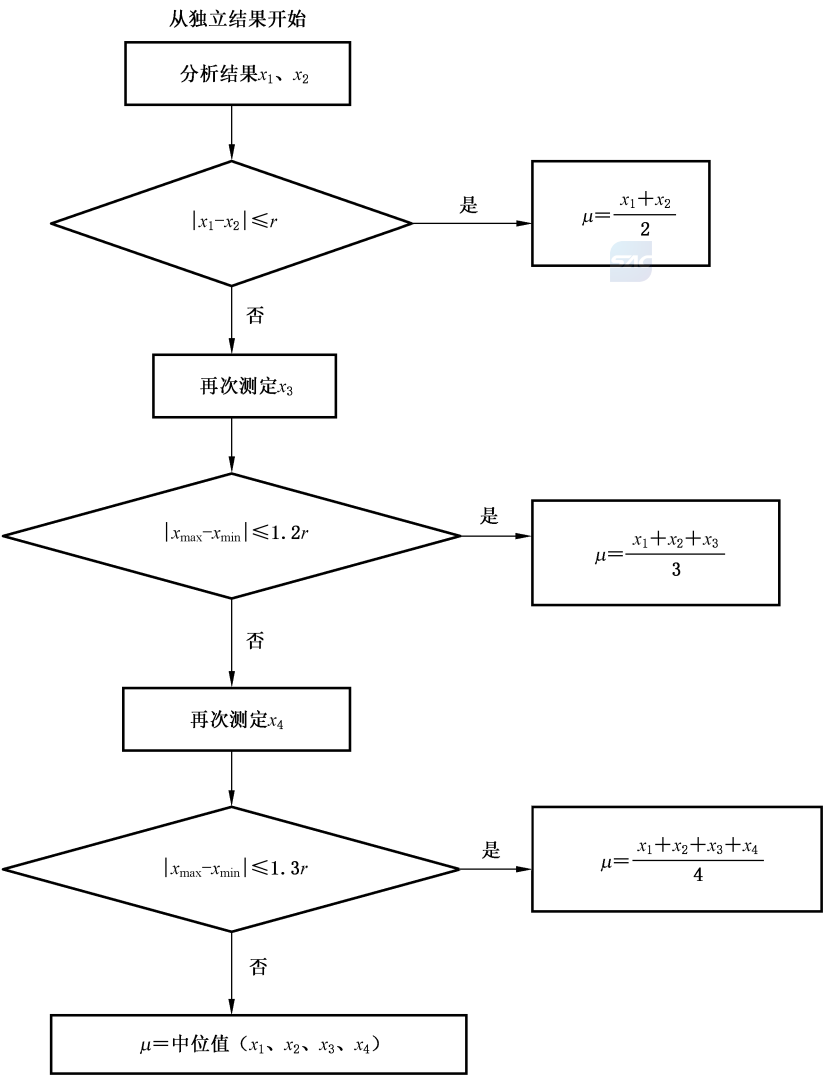
## 9 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 实验室名称和地址;
- b) 试验报告发布日期;
- c) 本部分的编号;
- d) 样品识别必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附 录 A  
(规范性附录)  
试样分析结果验收程序

试样分析结果验收程序见图 A.1。



注：r 为分析结果允许差，见表 2。

图 A.1 试样分析结果验收程序流程图