

# 中华人民共和国国家标准

## 钢铁及合金化学分析方法 亚硝基 R 盐分光光度法测定钴量

GB/T 223.22-94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The nitroso-R-salt spectrophotometric  
method for the determination of cobalt content

代替 GB 223.22-82

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用亚硝基 R 盐分光光度法测定钴量。

本标准适用于生铁、碳钢、合金钢和精密合金中钴量的测定。测定范围：0.10%~3.00%。

### 2 方法提要

在柠檬酸铵、亚硝酸钠存在下，当溶液的 pH5.5~7.5 时，二价钴迅速被氧化至三价并与亚硝基 R 盐生成有色配合物，经酸化消除干扰后测量其吸光度。

### 3 试剂

3.1 纯铁(含钴量小于 0.005%)。

3.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 硫酸-磷酸混合酸：将 150 mL 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)，缓慢倒入 700 mL 水中并不断搅拌，稍冷，再加入 150 mL 磷酸( $\rho$ 1.69 g/mL)，混匀。

3.7 氨性柠檬酸铵溶液(25%)：称取 62.5 g 柠檬酸铵，置于 400 mL 烧杯中，加入 200 mL 水溶解，再加入 5 mL 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL)，混匀。

3.8 亚硝酸钠溶液(0.5%)。

3.9 1-亚硝基-2-萘酚-3,6 二磺酸(亚硝基 R 盐)溶液(0.5%)。用时现配。

#### 3.10 钴标准溶液

3.10.1 称取 0.1000 g 金属钴(99.99%)，置于 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 硫酸(3.5)，盖上表皿，加热溶解后，冷却至室温。移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 钴。

3.10.2 移取 50.00 mL 钴标准溶液(3.10.1)，置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu$ g 钴。

3.10.3 移取 25.00 mL 钴标准溶液(3.10.1)，置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu$ g 钴。用时现配。

## 4 分析步骤

### 4.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

含钴量, %	试样量, g
0.10~1.00	0.200 0
>1.00~3.00	0.100 0

### 4.2 测定

4.2.1 将试样(4.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.6),盖上表皿,微热溶解。滴加硝酸(3.3)氧化并分解不溶碳化物,蒸发至冒硫酸烟 1~2 min。难溶于硫酸-磷酸混合酸(3.6)的试样,先用硝酸(3.4)或适宜比例的盐酸(3.2)-硝酸(3.3)混合酸溶解后,再加 10 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.6)加热蒸发至冒硫酸烟 1~2 min。取下稍冷。

4.2.2 加入 20 mL 水,微热溶解盐类,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.2.3 移取 5.00 mL 试液二份,分别置于 50 mL 容量瓶中,分别按 4.2.3.1 及 4.2.3.2 进行。

4.2.3.1 显色液:加入 10 mL 氨性柠檬酸铵溶液(3.7)、1 mL 亚硝酸钠溶液(3.8)、5.0 mL 亚硝基 R 盐溶液(3.9),摇匀,放置 1 min,加入 10 mL 硫酸(3.5),在沸水浴中加热 30 s,取下,流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

4.2.3.2 参比液:加入 10 mL 氨性柠檬酸铵溶液(3.7)、10 mL 硫酸(3.5)、混匀,加 5.0 mL 亚硝基 R 盐溶液(3.9),流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

4.2.4 将部分显色液移入 1~3 cm 吸收皿中,以参比液为参比,在分光光度计上于波长 530 nm 处,测量其吸光度。

4.2.5 从工作曲线上查出相应的钴量。

### 4.3 工作曲线的绘制

4.3.1 称取纯铁(3.1)一份(其量与试样量相同),以下按分析步骤 4.2.1 和 4.2.2 进行。

4.3.2 移取 5.00 mL 铁溶液(4.3.1)6 份,分别置于 6 个 50 mL 的容量瓶中。再移取 0.00,1.00,3.00,5.00,7.00,10.00 mL 钴标准溶液(3.10.3)[如被测试样含钴量在 1.00% 以上,则移取 0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00 mL 钴标准溶液(3.10.2)],分别置于上述 6 个容量瓶中,不加钴标准溶液的一份按分析步骤 4.2.3.2 进行,此为参比液。加钴标准溶液的几份,按分析步骤 4.2.3.1 进行,此为显色液。以下再按分析步骤 4.2.4 进行。

以所得的各显色液的吸光度值为纵坐标,以对应的钴量为横坐标绘制工作曲线。

## 5 分析结果的计算

按下式计算钴的百分含量:

$$\text{Co}(\%) = \frac{m_1 V}{m V_1} \times 100$$

式中:  $V$ ——试液总体积, mL;

$V_1$ ——分取试液体积, mL;

$m_1$ ——从工作曲线上查得的钴量, g;

$m$ ——试样量, g。

## 6 精密度

本标准的精密度是在 1990 年选择 6 个水平由 8 个实验室共同试验结果确定的。精密度见表 2。

表 2

水平范围, %( <i>m/m</i> )	重 复 性 <i>r</i>	再 现 性 <i>R</i>
0.10~2.04	$\lg r = -1.7343 + 0.5929 \lg m$	$R = 0.01362 + 0.02618 m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表 2 所列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值, 则认为这两个结果是可疑的。

**附录 A**  
**精密度试验原始数据**  
(补充件)

表 A1

数据 实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	0.115	0.315	0.400	0.795	1.510	2.040
	0.110	0.300	0.400	0.795	1.470	2.040
	0.125	0.300	0.400	0.795	1.470	2.020
2	0.105	—	0.390	0.785	1.470	2.035
	0.104	—	0.394	0.782	1.460	2.035
	0.104	—	0.391	0.782	1.460	2.036
3	0.0850	0.290	0.383	0.765	1.431	2.020
	0.0880	0.290	0.388	0.770	1.440	2.020
	0.0880	0.292	0.385	0.770	1.440	2.030
4	0.100	—	0.401	0.800	1.450	2.060
	0.101	—	0.400	0.788	1.460	2.040
	0.100	—	0.390	0.800	1.480	2.080
5	0.107	0.306	0.395	0.790	1.475	2.075
	0.105	0.318	0.395	0.792	1.480	2.080
	0.104	0.311	0.400	0.796	1.498	2.077
6	0.105	0.315	0.390	0.782	1.428	2.000
	0.104	0.310	0.390	0.782	1.428	2.000
	0.108	0.310	0.398	0.786	1.420	2.012
7	0.104	—	0.384	0.780	1.440	2.020
	0.100	—	0.385	0.782	1.450	2.030
	0.100	—	0.385	0.780	1.460	2.040
8	0.101	0.301	0.387	0.789	1.453	2.040
	0.098 0	0.303	0.385	0.782	1.457	2.042
	0.100	0.300	0.386	0.785	1.456	2.045

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金部钢铁研究总院、首钢特殊钢公司起草。

本标准主要起草人王玉兴、李德纯。

本标准水平等级标记 GB/T 223.22—94 I