

中华人民共和国国家标准

UDC 669.14/.15

钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钴量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The flame atomic absorption spectrometric method
for the determination of cobalt content

本标准适用于铸铁、碳素钢及低合金钢中钴量的测定。测定范围：0.01%～0.5%。

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》。

本标准遵守GB 7728—87《冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则》。

1 方法提要

试样以盐酸和过氧化氢分解，过滤除去残渣。滤液用水稀释到一定体积。试样溶液喷入空气-乙炔火焰中，用钴空心阴极灯作光源，于原子吸收光谱仪波长240.7nm处，测量其吸光度。

为消除基体影响，绘制校准曲线时，应加入与试样溶液相近的铁量。

2 试剂

2.1 盐酸($\rho 1.19\text{g/ml}$)。

2.2 盐酸(1+)。

中华人民共和国冶金工业部1988-01-18批准 1989-02-01实施

- 2.3 盐酸(10+6)。
- 2.4 盐酸(2+100)。
- 2.5 高氯酸($\rho 1.67\text{g/ml}$)。
- 2.6 高氯酸(2+100)。
- 2.7 过氧化氢(30%)。
- 2.8 硝酸(1+1)。
- 2.9 王水: 硝酸($\rho 1.42\text{g/ml}$)与盐酸(2.1)按(1+3)混合。
- 2.10 分离去钴的纯铁溶液: 称取纯铁5份, 每份1.0000g, 分别置于5个300ml烧杯中, 各加入10ml盐酸(2.1), 盖上表皿, 慢慢加热溶解。溶解后加入5ml过氧化氢(2.7), 使铁等氧化后, 继续加热蒸发至近干。取下冷却后, 加入10ml盐酸(2.3)溶解盐类, 将溶液移入200ml分液漏斗中, 用20ml盐酸(2.3)洗涤烧杯, 洗液也移入分液漏斗中。加入30ml甲基异丁基酮(以下简称MIBK), 振荡约1min。静置分层后, 弃去水相, 向有机相中加入20ml水, 振荡1min, 静置分层后将水相放入原烧杯中。再往分液漏斗中加入10ml水, 振荡1min, 静置分层后, 将水相合并于原烧杯中, 弃去有机相。将水溶液煮沸约5min, 使大部分MIBK挥发后, 加入5ml硝酸(2.8), 加热蒸发至干。冷却后加入20ml盐酸(2.2), 慢慢加热使可溶性盐类溶解, 冷却至室温, 将5个烧杯的溶液合并移入250ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1ml含20mg铁。

2.11 钴标准溶液

- 2.11.1 称取1.0000g金属钴(99.9%以上), 置于400ml烧杯中, 加入30ml硝酸(2.8), 加热溶解后, 冷却至室温, 移入1000ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1ml含1.00mg钴。

- 2.11.2 移取20.00ml钴标准溶液(2.11.1)置于100ml容量

瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含200 μg 钴。

3 仪器

原子吸收光谱仪，备有空气-乙炔燃烧器，钴空心阴极灯，空气-乙炔气体要足够纯净（不含水、油及钴），以提供稳定清澈的贫燃火焰。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标：

3.1 精密度的最低要求

用最高浓度的标准溶液，测量10次吸光度，并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的1.5%。

用最低浓度的校准溶液（不是零校准溶液）测量10次吸光度，并计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高校准溶液平均吸光度的0.5%。

3.2 特征浓度

本标准钴的特征浓度应小于0.15 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

3.3 检出限

本标准钴的检出限小于0.05 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

3.4 校准曲线的线性

校准曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度着值与最低段的吸光度差值之比不应小于0.7。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取1.0000g试样。

4.2 空白试验

移取与试样相同量的铁溶液(2.10), 随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 试样的处理

4.3.1.1 盐酸和过氧化氢易分解的试样

将试样(4.1)置于300ml烧杯中, 盖上表皿, 加入20 ml盐酸(2.2), 慢慢加热溶解。溶解后, 分多次仔细加入5ml过氧化氢(2.7), 使铁等氧化(在试样未完全溶解时, 不要加入过氧化氢, 否则会停止试样的溶解)。继续加热煮沸1 min, 分解过剩的过氧化氢, 过滤(如试液中的二氧化硅等不溶残渣很少, 不妨碍喷雾器的正常工作时, 可免去过滤)。用温盐酸(2.4)洗涤滤纸, 直至三氯化铁黄色消失, 再用温水洗3~4次, 弃去残渣。滤液和洗液收集到100ml容量瓶中, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.3.1.2 盐酸和过氧化氢分解有困难的试样

将试样(4.1)置于300ml烧杯中, 盖上表皿, 加入30 ml王水(2.9), 加热分解。加入15ml高氯酸(2.5), 继续加热蒸发冒高氯酸烟至温盐状, 冷却。加入约20ml温水, 使盐类溶解, 过滤, 用温高氯酸(2.6)及温水交替洗涤, 滤液和洗液收集收100ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.3.2 吸光度的测定

将试样溶液(4.3.1.1)或(4.3.1.2)在原子吸收光谱仪上, 于波长240.7nm处, 以空气-乙炔火焰, 用水调零, 测量其吸光度。将试样溶液的吸光度和随同试样空白溶液的吸光度, 从校准曲线上查出钴的浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

当钴的浓度超出直线范围时酌情稀释后测定。绘制样标准曲线的溶液也要和试样同样稀释。另外, 还可以通过旋转燃烧器、选用次灵敏线等方法降低灵敏度。

4.4 校准曲线的绘制

4.4.1 移取50ml铁溶液(2.10)数份分别置于数个100 ml容量瓶中，加入0~25.00ml钴标准溶液(2.11.2)，用水稀释至刻度，混匀。

4.4.2 在原子吸收光谱仪上，于波长240.7nm处，以空气-乙炔火焰，用水零调，测量其吸光度。

4.4.3 校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度，为钴校准曲线系列溶液的净吸光度，以钴浓度为横坐标，净吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算钴的百分含量：

$$C_0 (\%) = \frac{(C - C_1) \times f \times V}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中：C₁——自校准曲线上查得的随同试样空白溶液中钴的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

C——自校准曲线上查得的试样溶液中钴的浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

f——稀释倍数；

V——最终测量试样溶液的体积，ml；

m₀——试样量，g。

6 精密度

精密度表

水平，% (m/m)	重 复 性 r	再 现 性 R
0.08~0.23	$1gr = -1.7531 + 0.5520lgm$	$R = 0.002135 + 0.04346m$

重复性是用本方法在正常和正确操作情况下，由同一操作人

员，在同一实验室内，使用同一仪器，并在短期内，对相同试样所作两个单次测试结果，在95%概率水平两个独立测式结果的最大差值。

再现性是用本方法在正常和正确操作情况下，由两名操作人员，在不同实验室内，对相同试样各作单次测试结果，在95%概率水平两个独立测试结果的最大差值。

如果两个独立测试结果之间差值超过了相应的重复性和再现性数值，则认为这两个结果是可疑的。

附加说明：

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草

本标准主要起草人于凤莲、邢如岗。

本标准水平等级标记 GB 223.65—88 I