ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.16—2005

锌精矿化学分析方法 钴量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of cobalt content
—Flame atomic absorption spectrometer method

2005-07-26 发布　　2006-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

本标准首次制定。

本标准是GB/T 8151.1～8151.14—2000《锌精矿化学分析方法》中新增加的1个分标准，本标准是第16个分标准。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由葫芦岛有色金属集团公司负责起草。

本标准由韶关冶炼厂、株洲冶炼集团公司参加起草。

本标准主要起草人：周伟、戴瑶。

本标准主要验证人：袁丽丽、母正彬、张毅。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

锌精矿化学分析方法
钴量的测定　火焰原子吸收光谱法

1　范围

本标准规定了锌精矿中钴含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中钴含量的测定。测定范围：0.002 0%～0.20%。

2　方法原理

试料用盐酸、氟化氢铵、硝酸分解，在稀硝酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 240.7 nm 处，使用空气-乙炔火焰测量钴的吸光度。

3　试剂

3.1　试剂

3.1.1　氟化氢铵。

3.1.2　盐酸(ρ1.19 g/mL)。

3.1.3　硝酸(ρ1.42 g/mL)。

3.2　溶液

3.2.1　盐酸(1+1)。

3.2.2　氟化氢铵溶液(100 g/L)。

3.3　标准溶液

钴标准溶液：称取 0.200 0 g 金属钴(≥99.99%)置于 300 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(1+1)，低温加热溶解至完全，移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 100 mL 盐酸(3.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 钴。

4　仪器

原子吸收光谱仪，附钴空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测定试料溶液的基体相一致的溶液中，钴的特征浓度应不大于 0.88 μg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液(不是"零"标准溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

——使用原子吸收光谱仪波长 240.7 nm，灯电流 2.0 mA，贫燃火焰，在原子化区测定。

5　分析步骤

5.1　试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。

表 1

钴的质量分数/%	试料量/g	试液总体积/mL	加入硝酸量(3.1.3)/mL
0.002～0.02	1.000	50	3
0.02～0.1	0.500	100	5
0.1～0.2	0.500	200	10

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中，加入 10 mL～15 mL 盐酸(3.1.2)，5 mL～10 mL 氟化氢铵溶液(3.2.2)盖上表皿低温溶解数分钟，加入 5 mL 硝酸(3.1.3)至溶解完全，洗净表皿，蒸至近干，取下稍冷，按表 1 加入硝酸溶解盐类，冷至室温，按表 1 移入相应的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.3.2 使用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 240.7 nm 处，与标准溶液系列同时，以水调零测量溶液的吸光度，减去随同试料空白溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的钴的浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 分别移取 0、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钴标准溶液(3.3)于 200 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.1.3)，用水稀释至刻度，混匀。此标准溶液对应的钴的浓度为 0、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、3.00 μg/mL、4.00 μg/mL、5.00 μg/mL。

5.4.2 在与试料溶液测定相同的条件下，测量标准溶液的吸光度，减去标准溶液系列中“零”浓度溶液的吸光度，以钴浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算：

按下式计算钴的质量分数(%)：

$$w(\mathrm{Co}) = \frac{C V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中：

C——自工作曲线上查得的钴浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V——测定试液体积，单位为毫升(mL)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

所得结果表示至 3 位小数；若钴含量小于 0.010%时表示至 4 位小数。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得：

表 2

钴质量分数/%	0.003 0	0.009 1	0.101
r/%	0.000 6	0.001 5	0.015

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过 5%，再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得：

表 3

钴质量分数/%	0.003 0	0.009 1	0.101
R/%	0.000 7	0.002 0	0.015

注：重现性(r)为 2.8 S_r，S_r 为重复性标准差。

再现性(R)为 2.8 S_R，S_R 为再现性标准差。

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时，也可用控制标样替代)，每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。