



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.26—2010  
代替 GB/T 14506.26—1993

---

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 26 部分：钴量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 26: Determination of cobalt content

2010-11-10 发布

2011-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
硅酸盐岩石化学分析方法  
第 26 部分：钴量测定  
GB/T 14506.26—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字  
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-40970

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533

## 前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钽量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 26 部分。

本部分代替 GB/T 14506.26—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 4—[(5 氯-2-吡啶)-偶氮]-1,3-二氨基苯光度法测定钽量》。

本部分与 GB/T 14506.26—1993 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件、警示、警告内容；
- 将称取试样量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

## GB/T 14506.26—2010

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：王苏明、颜茂弘。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.26—1993。



# 硅酸盐岩石化学分析方法

## 第 26 部分：钴量测定

**警示——**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安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中钴量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中钴量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中钴量的测定。

测定范围:25  $\mu\text{g/g}$ ~1 000  $\mu\text{g/g}$  的钴量。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分:吸附水量测定

### 3 原理

试料用过氧化钠碱熔分解,水提取,过滤,沉淀用盐酸溶解,分取部分溶液,在 pH5 的乙酸盐介质中,钴与 4-[(5-氯-2-吡啶)-偶氮]-1,3-二氨基苯(5-Cl-PADAB)形成组成为 1:2 的红色络合物,加入盐酸后,转变为稳定的酒红色络合物。在分光光度计上,于波长 570 nm 处,测量其吸光度,计算钴量。

### 4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 过氧化钠。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 盐酸(2+98)。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 磷酸(1+1)。

4.6 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

4.7 氨水(1+1)。

4.8 乙酸钠溶液(500 g/L):称取 50 g 结晶乙酸钠( $\text{NaAc} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),溶解于水并稀释至 100 mL。如浑浊须过滤后使用。

4.9 铁溶液:称取 0.57 g 高纯三氧化二铁,置于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 浓盐酸,加热溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 4 mg 铁。

4.10 4-[(5-氯-2-吡啶)-偶氮]-1,3-二氨基苯(简称 5-Cl-PADAB 或钴试剂)-乙醇溶液(0.5 g/L):称取 0.05 g 5-Cl-PADAB,置于 100 mL 干燥的烧杯中,加 80 mL 无水乙醇,使其溶解(如有不溶物,置于温水浴中加热助溶,如仍有不溶物则过滤),移入 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

4.11 钴标准溶液:

- a) 钴标准溶液(100.0  $\mu\text{g/mL}$ ):  
称取 0.100 0 g 金属钴(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(4.4),盖上表面皿,加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 100.0  $\mu\text{g}$  钴;
- b) 钴标准溶液(2.0  $\mu\text{g/mL}$ ):  
分取 20.0 mL 钴标准溶液[4.11a)],置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 2.0  $\mu\text{g}$  钴;
- c) 钴标准溶液(0.50  $\mu\text{g/mL}$ ):  
分取 50.0 mL 钴标准溶液[4.11b)],置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 0.5  $\mu\text{g}$  钴。

5 仪器

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

- 6.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。
- 6.2 试样应在 105  $^{\circ}\text{C}$  预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。
- 6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时,按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

7 分析步骤

7.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

根据钴含量范围按表 1 称取试料量和分取试料溶液。

表 1 试料量与分取试料溶液

含量范围/ ( $\mu\text{g/g}$ )	试料量/ g	分取试料溶液/ mL	分取滤液 A/ mL
<50	0.5		25.00
50~200	0.5	25.00	10.00
>200~500	0.2	10.00	10.00
>500	0.1	5.00	5.00

注:滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。

7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料(7.2)置于 20 mL 刚玉坩埚中,加入 3 g 过氧化钠(4.1),混匀,再以 1 g 过氧化钠(4.1)覆盖

表面。置于已升温至 700 ℃ 的高温炉中,熔融 10 min。取出冷却,置于 200 mL 烧杯中,加 60 mL 热水提取,置于电热板上煮沸 3 min~5 min,用水洗出坩埚,坩埚内残存的氢氧化物沉淀加几滴盐酸(4.2)溶解,再用水洗净坩埚。

7.5.2 过滤与沉淀的溶解

用中速滤纸过滤,用氢氧化钠溶液(4.6)洗涤烧杯和沉淀 10 余次,弃去滤液,用 10 mL 热盐酸(4.2)溶解沉淀于原烧杯中,然后经原滤纸过滤于 50 mL 容量瓶中,用热盐酸(4.3)洗涤烧杯及滤纸至滤液无铁的颜色,冷却,用水稀释至刻度,摇匀。

7.6 校准溶液系列的配制

取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钴标准溶液[4.11b)]或[4.11c)],置于一系列 25 mL 比色管中,加 1 mL 铁溶液(4.9),用水稀释至约 10 mL,以下按(7.7)分析步骤进行。

7.7 测定

根据钴的含量(7.2),分取 10.0 mL 或 5.00 mL 溶液(7.5.2),置于 25 mL 比色管中,用水稀释至约 10 mL,滴加氨水(4.7)至氢氧化铁沉淀出现,再滴加盐酸(4.2)至沉淀恰好溶解,加 5 滴磷酸(4.5),摇匀,放置 5 min~10 min,加 2 mL 乙酸钠溶液(4.8),摇匀,放置 10 min,加 1.0 mL 5-Cl-PADAB 乙醇溶液(4.10),摇匀,将比色管放在沸水浴中加热 10 min,取出,放置 2 min~3 min;放置后的溶液温度不应低于 50 ℃,在不断摇动下加 6 mL 盐酸(4.2),以流水冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀,放置 20 min,在分光光度计上,用 1 cm 或 3 cm 比色皿,以试剂空白为参比,波长 570 nm 处,测量其吸光度。

注:铜、镍和铁也与 5-Cl-PADAB 生成有色络合物,在沸水浴中加热时,铜和镍的有色络合物被破坏,而钴的络合物不被破坏,铁的干扰用磷酸消除。

7.8 校准曲线绘制

以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的钴量。

8 结果计算

8.1 计算结果以质量分数  $w(\text{Co})$  计,数值以  $\mu\text{g/g}$  表示,按式(1)计算钴量:

$$w(\text{Co}) = \frac{(m_1 - m_0)V}{mV_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m_1$ ——从校准曲线上查得试料溶液的钴量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $m_0$ ——从校准曲线上查得试料空白溶液的钴量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V_1$ ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V$ ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
- $m$ ——试料量,单位为克(g)。

8.2 分析结果以  $x.x \mu\text{g/g}$ 、 $xx.x \mu\text{g/g}$ 、 $xxx \mu\text{g/g}$  表示。

9 精密度

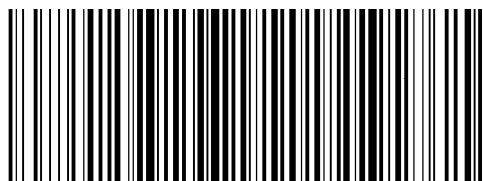
硅酸盐岩石中钴量测定结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 单位为微克每克

成 分	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Co	5.0~92.6	$r=0.592m^{0.54}$	$R=1.684+0.118m$
注:本精密度数据是由 7 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			

参 考 文 献

- [1] GB/T 14506.3 硅酸盐岩石化学分析方法 二氧化硅量测定
- 



GB/T 14506.26-2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-40970

