



中华人民共和国国家标准

GB/T 15922—2010
代替 GB/T 15922—1995

钴矿石化学分析方法 钴量测定

Method for chemical analysis of cobalt ores—
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
钴矿石化学分析方法
钴量测定

GB/T 15922—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

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: 155066·1-41052

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

本标准代替 GB/T 15922—1995《钻矿石化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定钴量》。

本标准与 GB/T 15922—1995 相比,主要变化如下:

- 修改了标准的中文名称;
- 增加了标准的英文名称;
- 增加了警示、警告的内容;
- 增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求;
- 增加了对试样粒径及其干燥的要求;
- 增加了验证试验内容。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本标准起草单位:湖北省地质实验研究所。

本标准主要起草人:吴俊、方金东、唐兴敏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15922—1995。

钴矿石化学分析方法

钴量测定

警示:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了酸溶解或碱熔分离后制备成酸性溶液,原子吸收分光光度法测定钴矿石中钴量的方法。

本标准适用于钴矿石中钴量的测定。

测定范围:0.05%~2.0%的钴。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试料经氢氟酸、王水、高氯酸分解后,用盐酸溶解盐类(或用过氧化钠、氢氧化钠熔矿,水提取、过滤,沉淀用盐酸溶解),在5%盐酸介质中,于原子吸收分光光度计上,波长252.1 nm处,使用空气-乙炔火焰,测定钴的吸光度,计算钴量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合GB/T 6682的蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 过氧化钠。

4.2 氢氧化钠。

4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.4 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

4.5 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。警告:氢氟酸有毒,有腐蚀性,操作时应戴手套,防止与皮肤接触!

4.6 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。警告:易爆品,小心操作!

4.7 无水乙醇。

4.8 王水:[盐酸(4.3)+硝酸(4.4)]=(3+1),新鲜配制。

4.9 盐酸(1+1)。

4.10 硝酸(1+1)。

4.11 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

4.12 钴标准溶液:称取0.1000 g金属钴(质量分数 $\geq 99.99\%$),置入100 mL烧杯中,盖上表面皿,沿杯壁加入20 mL硝酸(4.10),加热溶解,在水浴上蒸干。用少量水吹洗表面皿,加入5 mL盐酸(4.3),在水浴上蒸干,重复一次。加入10 mL盐酸(4.3)溶解钴盐,冷却,移入1 000 mL容量瓶中,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液钴的质量浓度为0.10 mg/mL。

5 仪器

- 5.1 原子吸收分光光度计。附钴元素空心阴极灯。
5.2 分析天平：三级，感量 0.1 mg。

6 试样

- 6.1 试样粒径应小于 74 μm 。
6.2 试样在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 2 h~4 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试样中钴的含量，按表 1 称取试料量，精确至 0.1 mg。

表 1 称取试料量

钴的含量/%	试料量/g	测量体积/mL
>0.05~0.1	0.5	50.0
>0.1~0.2	0.2	50.0
>0.2~2	0.1	100.0~200.0

7.2 空白试验

随同实验进行双份空白试验，所用试剂应取同一试剂瓶，加入同等的量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 一般试料

将试料(7.1)置于聚四氟乙烯坩埚中，用适量水润湿，加入 5 mL 氢氟酸(4.5)、10 mL 王水(4.8)、1 mL 高氯酸(4.6)，加盖，于中温电热板上(不高于 200 $^{\circ}\text{C}$)上溶解，待样品完全溶解后，去盖继续加热至高氯酸白烟冒尽，取下，冷却。加入 10 mL 盐酸(4.9)，温热溶解盐类，取下，冷至室温后，用水移入 50 mL 容量瓶中，并稀释至刻度。摇匀，澄清。

7.4.2 难溶试料

将试料(7.1)置于刚玉坩埚中，加入 4 g 过氧化钠(4.1)，混匀，上面覆盖 1 g 氢氧化钠(4.2)，置于已升温至 650 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中，并保持此温度至样品全融(约 10 min)，取出冷却。将坩埚放入 200 mL 烧杯中，加入 100 mL 温水，盖上表面皿，待激烈反应停止后，加入数滴无水乙醇(4.7)，在电炉上加热煮沸 3 min~5 min，取下冷却。沉淀用中速定性滤纸过滤，用热的氢氧化钠溶液(4.11)洗烧杯、坩埚及沉淀(6~8)次。用热盐酸(4.9)溶解沉淀于原烧杯中，洗出坩埚，将溶液放在电热板上蒸干。加入 5 mL 盐酸(4.9)及少许水溶解盐类，用水移入 50 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。

7.5 校准溶液系列配制

在一系列 50 mL 的容量瓶中，分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 的钴标准溶液(4.12)，加入 10 mL 盐酸(4.9)，用水稀释至刻度，摇匀。该系列溶液钴的质量浓度分别为 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 、8.00 $\mu\text{g/mL}$ 、12.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

7.6 测定

警告：应按照原子吸收分光光度计的使用规定点燃或熄灭空气-乙炔火焰，以避免可能引起的爆炸危险！

使用火焰原子吸收分光光度计，在波长 252.1 nm 处，按仪器工作条件(参见附录 A)，分别测量校

准溶液系列、空白溶液和试料溶液(7.4.1和7.4.2)中钴的吸光度。

7.7 校准曲线绘制

以钴量为横坐标,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

钴量以质量分数 $w(\text{Co})$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Co}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——试样溶液中钴的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——空白溶液中钴的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——测定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取试料质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

9 精密度

钴矿石中钴量测定结果精密度见表2。

表2 精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g}/\text{g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g}/\text{g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g}/\text{g})$
0.070~0.42	$r=0.000\ 2+0.046\ 6m$	$R=0.103\ 8m^{0.740\ 4}$

附录 A
(资料性附录)
仪器参考工作条件及干扰消除

A.1 使用原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1 原子吸收分光光度计的参考工作条件

波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/nm	燃烧器高度/mm	空气压力/MPa	乙炔压力/MPa
252.1	15	0.4	7.5	0.16	0.03

A.2 本法干扰主要表现在大量基体元素钙、镁、铝、铁对钴信号的抑制,以小于 3%干扰计,1 000 μg/mL 的钙、镁、铝,2 000 μg/mL 的铁不影响测定。

A.3 基体浓度大的情况下,加入 1 mL 镧盐溶液(100 g/L)消除干扰,按小于 3%干扰计,2 000 μg/mL 的钙、铝,4 000 μg/mL 的铁、镁不影响测定。由于加入镧盐后,对钴的信号约降低 2%,故标准溶液也加相同量的镧盐。



GB/T 15922-2010

版权专有 侵权必究
*

书号:155066·1-41052