



中华人民共和国国家标准

GB/T 15922—1995

钴矿石化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定钴量

Method for chemical analysis of cobalt ores—

Determination of cobalt content—

Flame atomic absorption spectrometric method

1995-12-20 发布

1996-08-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钴矿石化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定钴量

GB/T 15922—1995

Method for chemical analysis of cobalt ores—
Determination of cobalt content—
Flame atomic absorption spectrometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钴矿石中钴含量的测定方法。

本标准适用于钴矿石中钴含量的测定,测定范围 0.05%~2%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法提要

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,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计上,波长 252.1 nm 处,测定钴的吸光度,计算钴量。

4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 氢氧化钠。

4.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

4.4 高氯酸(ρ 1.75 g/mL)。

4.5 无水乙醇。

4.6 王水:[盐酸(ρ 1.19 g/mL)+硝酸(ρ 1.40 g/mL)]=(3+1),新鲜配制。

4.7 盐酸(1+1)。

4.8 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

4.9 钴标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属钴(99.99%),置入 100 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 20 mL 硝酸(1+1,V+V),加热溶解,在水浴上蒸干。用少量水洗去表皿,加入 5 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),在水浴上蒸干,重复一次。加入 10 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)溶解钴盐,冷却,用水移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。此溶液浓度 0.100 0 mg/mL。

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计(带有塞曼效应或连续光谱灯背景校正器)。工作条件见附录 A。

5.2 钴单元素空心阴极灯。

5.3 在仪器工作最佳条件下,凡达到下列指标的原子吸收分光光度计,均可使用。

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%;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%。计算公式见附录 B。

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 0.85。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

钴 量 %	试 料 g	测量体积 mL
>0.05~0.1	0.500 0±0.000 5	50
>0.1~0.2	0.200 0±0.000 3	50
>0.2~2	0.100 0±0.000 3	100~200

6.2 空白试验

随同试料做双份空白试验。

6.3 测定

6.3.1 一般试料

6.3.1.1 将试料(6.1)置于聚四氟乙烯坩埚中,加入 5~10 mL 氢氟酸(4.3),5~10 mL 王水(4.6),0.5~1 mL 高氯酸(4.4),加盖,在低温电热板上微沸 30 min。用少量水吹洗并移去盖子,继续在电热板上加热至高氯酸白烟冒尽,取下冷却。加入 5 mL 盐酸(4.7),加盖,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。

6.3.1.2 于原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件测定吸光度,同时进行标准系列的测定。

6.3.2 难溶试料

将试料(6.1)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 650℃ 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,盖上表皿,待激烈反应停止后,加入数滴无水乙醇(4.5),在电炉上加热煮沸 3~5 min,取下冷却。过滤,用热的氢氧化钠溶液(4.8)洗烧杯、坩埚及沉淀 6~8 次。用热盐酸(4.7)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(4.7)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。按仪器工作条件,测量吸光度,同时进行标准系列的测定。

6.4 工作曲线的绘制

称取 0、1.00、2.00、4.00、6.00 mL 钴标准溶液(4.9),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.7),用水稀释至刻度,摇匀。以下按仪器工作条件进行测定。以钴量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算钴的含量：

$$W_{\text{Co}}(\%) = \frac{(m_1 - m_0)10^{-3}}{m_s} \times 100$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的钴量，mg；

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验(6.2)钴量，mg；

m_s ——试料，g。

8 精密度

表 2

含量范围，%	重复性 r	再现性 R
0.070~0.42	$r=0.000\ 2+0.046\ 6\ m$	$R=0.103\ 8\ m^{0.740\ 4}$

附 录 A
标准的有关说明
(参考件)

A1 使用日立 180-80 型塞曼原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A1:

表 A1

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

A2 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,按小于 3% 干扰计,1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的钙、镁、铝,2 000 $\mu\text{g/mL}$ 的铁不影响测定。

A3 基体浓度大的情况下,可加入 1 mL 铜盐溶液(100 g/L)消除干扰,按小于 3% 干扰计,2 000 $\mu\text{g/mL}$ 的钙、铝,4 000 $\mu\text{g/mL}$ 的铁、镁不影响测定。由于加入铜盐后,对钴的信号约降低 2%,故标准溶液也应加相同量的铜盐。

附 录 B
原子吸收分光光度法最低精密度相对标准偏差的计算
(补充件)

最高浓度标准溶液与最低浓度标准溶液吸光度读数的相对标准偏差计算公式如下:

$$S_c = \frac{100}{\bar{A}_c} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (A_{ci} - \bar{A}_c)^2} \quad \dots\dots\dots (B1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{A}_o} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (A_{oi} - \bar{A}_o)^2} \quad \dots\dots\dots (B2)$$

式中: S_c ——最高浓度标准溶液吸光度的相对标准偏差;

S_o ——最低浓度标准溶液吸光度的相对标准偏差;

$\bar{A}_c$ ——最高浓度标准溶液吸光度的平均值;

A_{ci} ——最高浓度标准溶液第 i 次测定的吸光度;

$\bar{A}_o$ ——最低浓度标准溶液吸光度的平均值;

A_{oi} ——最低浓度标准溶液第 i 次测定的吸光度;

n ——测定次数。

附加说明:

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心技术归口。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人柳建一。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钴矿石化学分析方法
火焰原子吸收分光光度法测定钴量
GB/T 15922—1995

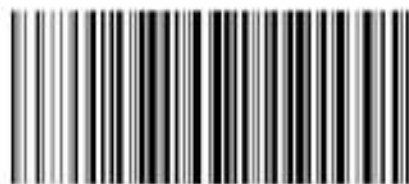
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字
1996 年 8 月第一版 1996 年 8 月第一次印刷
印数 1—1 500

书号: 155086·1-12475 定价 8.00 元

标 目 288—97



GB/T 15922—1995