

ICS 73.060
D 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.7—2010
代替 GB/T 14352.7—1993

GB/T 14352.7—2010

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第7部分：钴量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 7: Determination of cobalt content

中华人民共和国
国家标准
钨矿石、钼矿石化学分析方法
第7部分：钴量测定
GB/T 14352.7—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 0.75 字数 13 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*
书号：155066·1-40995 定价 16.00 元

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



GB/T 14352.7—2010

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
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A
(资料性附录)
有关说明

A.1 聚三氟氯乙烯-磷酸三丁酯制备手续:移取 100 g 200 目的聚三氟氯乙烯粉,置于 100 mL 烧杯中,在搅拌下加入 60 mL 磷酸三丁酯,充分搅拌均匀。

A.2 易熔矿样可以氢氧化钠为主,加入少量过氧化钠熔矿,这样对坩埚腐蚀小,可以延长使用寿命。

A.3 使用塞曼原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1 仪器参考工作条件

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
240.7	7.5	1.3	7.5	0.16	0.03

A.4 在本实验条件下,分别共存下列含量的($\mu\text{g}/\text{mL}$)的元素(离子),不影响钴的测定:钙、镁、铁、锌各(5 000),锰(4 000);钾、铝、铅、铬各(2 000);钠、钡、钨、钼、铜各(1 000);锂、锶、硼、硅、锡、钛、钒、镍、镉各(500);铋(400);砷、汞各(200);金、银各(100);铍、镓、铟、铊各(50);铷、铯(30);铂(20)。

前 言

GB/T 14352《钨矿石、钼矿石化学分析方法》共有 18 个部分:

- 第 1 部分:钨量测定;
- 第 2 部分:钼量测定;
- 第 3 部分:铜量测定;
- 第 4 部分:铅量测定;
- 第 5 部分:锌量测定;
- 第 6 部分:镉量测定;
- 第 7 部分:钴量测定;
- 第 8 部分:镍量测定;
- 第 9 部分:硫量测定;
- 第 10 部分:砷量测定;
- 第 11 部分:铋量测定;
- 第 12 部分:银量测定;
- 第 13 部分:锡量测定;
- 第 14 部分:镓量测定;
- 第 15 部分:锗量测定;
- 第 16 部分:硒量测定;
- 第 17 部分:碲量测定;
- 第 18 部分:铼量测定。

本部分为 GB/T 14352 的第 7 部分。

本部分代替 GB/T 14352.7—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 丁二肟-磺基水杨酸-氢氧化铵-氯化铵底液极谱法测定钴量》。

本部分与 GB/T 14352.7—1993 相比,主要变化如下:

- 增加火焰原子吸收光谱法测定钴量的方法;
- 增加了警示、警告内容;
- 修改了试样干燥温度。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分起草单位:江苏省地质调查研究院(国土资源部南京矿产资源监督检测中心)。

本部分主要起草人:黄光明、汤志云、江冶。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14352.7—1993。

4.2.4 王水:盐酸(ρ 1.19 g/mL)+硝酸(ρ 1.42 g/mL)=3+1,新鲜配制。

4.2.5 盐酸(1+1)。

4.2.6 硼酸溶液(60 g/L)。

4.2.7 钴标准溶液:

a) 钴标准储备溶液[ρ (Co)=100.0 μ g/mL]:

称取 0.100 0 g 金属钴(99.99%),置于 100 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿杯壁加入 10 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),低温加热溶解,冷却,用水洗去表面皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

b) 钴标准溶液[ρ (Co)=10.0 μ g/mL]:

分取 50.00 mL 钴标准溶液储备溶液[4.2.7a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3 仪器

4.3.1 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

4.3.2 原子吸收分光光度计,附钴空心阴极灯。

4.4 试样

4.4.1 按 GB/T 14505 的相关要求,加工试样粒径应小于 97 μ m。

4.4.2 试样应在 105 $^{\circ}$ C 预干燥 2 h,含硫矿物的试样在 60 $^{\circ}$ C~80 $^{\circ}$ C 的鼓风干燥烘箱内干燥 2 h~4 h,然后置于干燥器中,冷却至室温。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

根据试样中钴量按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 3 试料量

钴量/(μ g/g)	试料量/g
10~100	1
100~500	0.5
500~1 000	0.2

4.5.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

4.5.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

4.5.4 试料分解

将试料(4.5.1)置于聚四氟乙烯坩埚中,加入 10 mL 氢氟酸(4.2.1)、10 mL 王水(4.2.4)、0.5 mL 高氯酸(4.2.2),加盖,在低温电热板上微热 30 min,用少量水洗去盖子,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(4.2.5)、5 mL 硼酸溶液(4.2.6),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。

注:有关说明见附录 A.4。

4.5.5 校准溶液系列配制

分取 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 钴标准溶液[4.2.7a)],分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.2.5)、5 mL 硼酸溶液(4.2.6),用水稀释至刻度,摇匀。

钨矿石、钼矿石化学分析方法

第 7 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 14352 的本部分规定了钨矿石、钼矿石中钴量的测定方法。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中钴量的测定。

测定范围:极谱法 5 μ g/g~500 μ g/g 的钴,火焰原子吸收分光光度法 10 μ g/g~1 000 μ g/g 的钴。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14352 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 6379.2 测量方法与结果的准确度 第 2 部分:确定标准测试方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 丁二肟-磺基水杨酸-氨水-氯化铵底液极谱法

3.1 原理

试料经碱熔,水浸取,镍、钴、铁等在氢氧化物沉淀中,可与锌、钨、钼、锡、砷、钒、铬等元素分离。在盐酸介质中,用磷酸三丁酯萃淋树脂分离大部分铁,在氨水-氯化铵-磺基水杨酸-丁二肟底液中,峰电位约为-1.14 V(对饱和甘汞电极),用示波极谱导数部分测定钴与丁二肟产生的催化波峰电流值,计算钴量。

3.2 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。

3.2.1 过氧化钠。

3.2.2 氢氧化钠。

3.2.3 磷酸三丁酯萃淋树脂(也可用聚三氟氯乙烯-磷酸三丁酯自制,参见附录 A.1)。

3.2.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL),警告:易爆品,小心操作!

3.2.5 无水乙醇。

3.2.6 盐酸(1+1)。

3.2.7 盐酸(1+99)。

3.2.8 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

3.2.9 磺基水杨酸溶液 $c[(\text{HO})(\text{C}_6\text{H}_3\text{COOH})\text{SO}_3\text{H} \cdot 2\text{H}_2\text{O}]=2$ mol/L。

3.2.10 氨水溶液(1+1)。

3.2.11 氯化铵溶液 $c(\text{NH}_4\text{Cl})=5$ mol/L。