

中华人民共和国国家标准

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

GB/T 14352.7-93

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum
ores—Determination of cobalt content—Polarographic
method in dimethylglyoxime-sulfosalicylic
acid-ammonium hydroxide-ammonium chloride system

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钨矿石、钼矿石中钴含量的测定方法。

本标准适用于钨矿石、钼矿石中钴含量的测定,测定范围 5~500 $\mu\text{g/g}$ 。

2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

3 方法提要

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,在氢氧化铵-氯化铵-磺基水杨酸-丁二肟底液中,用示波极谱导数部分测定钴与丁二肟产生的催化波,峰电位约为-1.14 V(对饱和甘汞电极而言)。

4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 氢氧化钠。

4.3 磷酸三丁酯萃淋树脂(市售)(也可用聚三氟氯乙烯-磷酸三丁酯自制)。

4.4 高氯酸(ρ 1.75 g/mL)。

4.5 无水乙醇。

4.6 盐酸(1+1 V+V)。

4.7 氢氧化钠溶液(1% m/V)。

4.8 盐酸(1% V/V)。

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

4.10 氢氧化铵(1+1 V+V)。

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

4.12 丁二肟乙醇溶液(1% m/V)。

4.13 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

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施

10 mL 盐酸($\rho=1.19$ g/mL),低温加热溶解,冷却,用水洗去表皿,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 μ g 钴。

4.14 钴标准溶液:移取 20.00 mL 钴标准贮存溶液(4.13),置入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 2 μ g 钴。

5 仪器

5.1 示波极谱仪。

5.2 参比电极:饱和甘汞电极。

6 分析步骤

6.1 试料 试样粒度应小于 0.097 mm,装入小瓶,在 80 $^{\circ}$ C 烘 2 h,置干燥器中备用。

按表 1 称取试样:

表 1

钴量, μ g/g	试料, g	试液总体积, mL	分取试液体积, mL
5~20	0.500 0 \pm 0.000 5	—	—
>20~50	0.200 0 \pm 0.000 3	—	—
>50~100	0.200 0 \pm 0.000 3	50	10.00
>100~500	0.100 0 \pm 0.000 3	50	5.00

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于石墨坩埚(或刚玉坩埚)中,加 3 g 过氧化钠(4.1)搅匀,上面覆盖 1 g 过氧化钠(4.1),置于已升温的高温炉中,700 $^{\circ}$ C 熔融 10 min,取出,冷却,放入 250 mL 烧杯中,加入约 100 mL 热水及 3 滴乙醇(4.5),煮沸 10 min 逐尽过氧化氢,取下冷却(体积不小于 70 mL),用中速滤纸过滤,用氢氧化钠溶液(4.7)洗涤烧杯(坩埚不必洗出)及沉淀。沉淀用 15 mL 盐酸(4.6)溶解于原烧杯中,用热盐酸(4.8)洗净坩埚及滤纸。将承接液低温蒸干,脱水 30 min,取下冷却。加入 10~15 mL 盐酸(4.6),盖上表皿,微热溶解干涸物,冷至室温(A 液)。

6.4.2 根据试料中含钴量(>50 μ g),将溶液(A 液)移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(4.6)稀释至刻度,摇匀。按表 1 分取试液,置入 100 mL 烧杯中,补加盐酸(4.6)至 15 mL(B 液)。

6.4.3 往溶液(A 液或 B 液)中加入 2 g 左右磷酸三丁酯萃淋树脂(4.3),充分搅拌,放置片刻。若矿样含铁量高,可酌情再多加几次磷酸三丁酯萃淋树脂(4.3),每次约 0.5 g,充分搅动,直至溶液颜色退至浅黄色为止,在漏斗上用棉花过滤,用盐酸(4.6)洗涤,滤液用 50 mL 烧杯承接,加入 2 mL 高氯酸(4.4),蒸至烟冒尽,取下冷却。

6.4.4 加入 1 mL 盐酸(4.6),盖上表皿,微热。冷却后,用少量水洗去表皿,加入 2.5 mL 磺基水杨酸溶液(4.9),摇匀,加入 3.3 mL 氢氧化铵(4.10),摇匀,放置至室温后,加入 5 mL 氯化铵溶液(4.11)及 0.5 mL 丁二肟乙醇溶液(4.12),移入 25 mL 比色管中,用水稀至刻度,摇匀后,放置 30 min。

6.4.5 倾出部分溶液于电解池中,选择适当的电流倍率(以峰电流值不小于满刻度一半为准),于起始电位为 -0.90 V 处,用极谱仪导数部分进行测定,记录峰电流值。同时进行标准系列的测定,从工作曲