

GB/T 14506.26—2010

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

ICS 73.080  
D 53

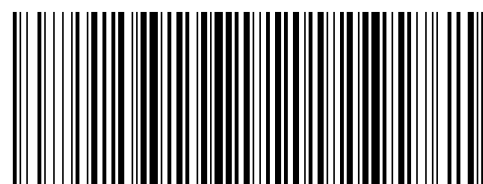


# 中华人民共和国国家标准

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



GB/T 14506.26—2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-40970

定价: 14.00 元

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

表面。置于已升温至 700 °C 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 °C,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。			

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

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 定价 14.00 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

## 4.11 钴标准溶液:

- a) 钴标准溶液(100.0 μg/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 μg 钴;
- b) 钴标准溶液(2.0 μg/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 μg 钴;
- c) 钴标准溶液(0.50 μg/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 μg 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 μm。
- 6.2 试样应在 105 °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/ (μg/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

## 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:钴量测定;
- 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钴量》。

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;
- 将称取试料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。