

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  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钙、镁、铝,2 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  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  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的钙、铝,4 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  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。

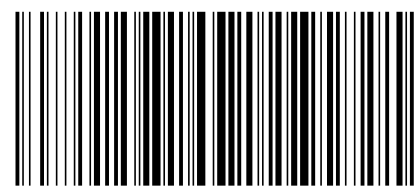


# 中华人民共和国国家标准

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



GB/T 15922-2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-41052

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

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:

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

式中:

$\rho_1$ ——试样溶液中钴的质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$\rho_0$ ——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( $\text{mL}$ );

$m$ ——称取试料质量,单位为克( $\text{g}$ )。

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	$r=0.0002+0.0466m$	$R=0.1038m^{0.7404}$

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 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

## 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  $\mu\text{m}$ 。  
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  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、8.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、12.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 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

## 前 言

本标准代替 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》。

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。