



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.1~14506.28—93

硅酸盐岩石化学分析方法

Methods for chemical analysis of silicate rocks

1993-06-19发布

1994-02-01实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

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

GB/T 14506.26-93

Silicate rocks—Determination of cobalt content—

4-[(5-Chloro-2-pyridyl)-azo]-1,3-diamino benzene
photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准适用于黑云母花岗岩、流纹岩、花岗闪长岩、石英角闪安山岩、橄榄玄武岩、辉长岩、粗安岩、霓霞正长岩、砂岩、页岩以及其他成分相近的硅酸盐岩石中钴的测定。

测定范围：5~1 000 $\mu\text{g/g}$ 钴。

本标准遵守 GB/T 14505 的规定。

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

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 重量法测定吸附水量

3 方法提要

试样碱熔分解，水提取，过滤，沉淀用盐酸溶解，分取部分溶液，在 pH5 的乙酸盐介质中，钴与 4-[(5-氯-2-吡啶)-偶氮]-1,3-二氨基苯(5-Cl-PADAB)形成组成为 1:2 的红色络合物，加入盐酸后，转变为稳定的酒红色络合物。在波长 570nm 处，测量其吸光度。

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。

4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 盐酸(2%)。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 磷酸(1+1)。

4.6 氢氧化钠溶液(2%)。

4.7 氢氧化铵(1+1)。

4.8 乙酸钠溶液(50%)：称取 50g 结晶乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)，溶于水并稀释至 100mL。如浑浊

须过滤后使用。

4.9 铁溶液：称取 0.57g 高纯三氧化二铁，置于 150mL 烧杯中，加 10mL 浓盐酸，加热溶解，冷却，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 4mg 铁。

4.10 4-[(5-氯-2-吡啶)-偶氮]-1,3-二氨基苯（简称 5-Cl-PADAB 或钴试剂）乙醇溶液（0.05%）：称取 0.05g 5-Cl-PADAB，置于 100mL 干燥的烧杯中，加 80mL 无水乙醇，使其溶解（如有不溶物，置于温水浴中加热助溶，如仍有不溶物则过滤），移入 100mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀。

4.11 钴标准溶液：

4.11.1 称取 0.100 0g 金属钴（99.99%），置于 250mL 烧杯中，加 10mL 硝酸（4.4），盖上表面皿，加热溶解，冷却至室温，移入 1 000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100.0 μ g 钴。

4.11.2 移取 20.0mL 钴标准溶液（4.11.1），置于 1 000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 2.0 μ g 钴。

4.11.3 移取 50.0mL 钴标准溶液（4.11.2），置于 200mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 0.5 μ g 钴。

5 仪器

分光光度计。

6 试样

6.1 试样粒度应小于 74 μ m。

6.2 试样应在 105℃ 预干燥 2~4h，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

同一试样，在同一实验室，应由同一操作者在不同时间内进行 2~4 次测定。

7.2 试样量

根据钴的含量称取试样，分取溶液：5.0~50 μ g/g Co，称取 0.500 0g 试样，分取相当于 100mg 试样溶液；50~200 μ g/g Co，称取 0.500 0g 试样，分取相当于 50mg 试样的溶液；200~500 μ g/g Co，称取 0.200 0g 试样，分取相当于 20mg 试样的溶液；500~100 0 μ g/g Co，称取 0.100 0g 试样，分取相当于 10mg 试样的溶液进行测定，称样都精确至 0.000 1g。

7.3 空白试验

随同试样进行双份空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 校正试验

随同试样分析同类型的标准试样。

7.5 测定

7.5.1 试样的分解

将试样（7.2）置于 20mL 刚玉坩埚中，加入 3g 过氧化钠（4.1），混匀，再以 1g 过氧化钠（4.1）覆盖表面。置于已升温至 700℃ 的高温炉中，熔融 10min。取出冷却，置于 200mL 烧杯中，加 60mL 热水提取，置于电热板上煮沸 3~5min，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 10mL 热盐酸（4.2）

溶解沉淀于原烧杯中,然后经原滤纸过滤于 50mL 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。

7.5.3 显色与测量

根据钴的含量(7.2),分取 10.0 或 5.00mL 溶液(7.5.2),置于 25mL 比色管中,用水稀释至约 10mL,滴加氢氧化铵(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 5~10min,加 2mL 乙酸钠溶液(4.8),摇匀,放置 10min,加 1.0mL 5-Cl-PADAB 乙醇溶液(4.10),摇匀,将比色管放在沸水浴中加热 10min,取出,放置 2~3min(放置后的溶液温度不应低于 50℃),在不断摇动下加 6mL 盐酸(4.2),以流水冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀,放置 20min,于分光光度计上,以试剂空白为参比,选用 1 或 3cm 比色皿,在波长 570nm 处,测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的钴量。

7.6 工作曲线的绘制

取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 钴标准溶液(4.11.2)或(4.11.3),分别置于一组 25mL 比色管中,加 1mL 铁溶液(4.9),用水稀释至约 10mL,以下按第 7.5.3 条分析步骤进行。以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

8.1 按下式计算钴的含量:

$$Co(\mu g/g) = \frac{(m_1 - m_0)V}{m \cdot V_1}$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液的钴量, μg ;

m_0 ——从工作曲线上查得试样空白溶液的钴量, μg ;

V_1 ——分取试样溶液体积, mL;

V ——试样溶液总体积, mL;

m ——试样量, g。

8.2 分析结果以 $\times \cdot \times \times, \times \times \cdot \times, \times \times \times \mu g/g$ 表示。

9 精密度

精密度表

水平范围, $\mu g/g$	重复性 r	再现性 R
5.0~92.6	$r = 0.592 2m^{0.335 4}$	$R = 1.683 6 + 0.118 3m$

本精密度数据是在 1989 年,由七个实验室对十个水平的试样所做的实验中确定的。

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岩矿测试技术研究所归口。

本标准由地质矿产部沈阳综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人杨秀清。