

ICS 77.120.70
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 23273.2—2009

GB/T 23273.2—2009

草酸钴化学分析方法 第2部分：铅量的测定 电热原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of cobalt oxalate—
Part 2: Determination of lead content—
Electrothermal atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
草酸钴化学分析方法
第2部分：铅量的测定
电热原子吸收光谱法
GB/T 23273.2—2009

*
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

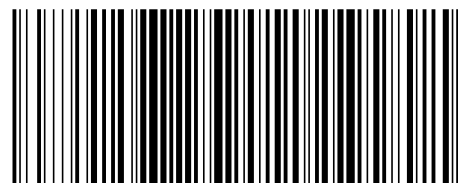
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

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 7 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

*
书号：155066·1-37019 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



GB/T 23273.2—2009

2009-01-05 发布

2009-11-01 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

使用 PE-SIMAA6000 型石墨炉原子吸收光谱仪测定铅量时的参考工作条件见表 1:

表 1 仪器工作条件

	波长	283.0 nm		灯电流		10 mA
	阶段	步序	温度/℃	斜坡升温/s	保持时间/s	氩气流量 mL/min
原子化程序	干燥	1	110	10	20	250
		2	130	15	20	250
	灰化	3	800	10	20	250
	原子化	4	1 650	—	3.0	—
	清除	5	2 450	—	3.0	250

5 分析步骤

5.1 试料

按表 2 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 2 试样的称取量和测定时试液的分取

铅的质量分数/%	试料量(m)/g	分取试液体积(V ₁)/mL	试液稀释体积(V ₂)/mL
0.001~0.002	0.500	—	—
>0.002~0.01	0.200	25.00	50.00

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.2),盖上表皿,低温加热至溶解完全,并蒸发至小体积(约 3 mL~4 mL),取下冷却,用硝酸(3.4)冲洗表皿及杯壁,低温加热煮沸,取下冷却,移入 100 mL(V₀)容量瓶中,以水定容,空白试液加入 10.0 mL 钴基体溶液(3.5)。按表 1 分取试液并稀释后测定。

5.4 测定

5.4.1 调整仪器至最佳状态。

5.4.2 用选定的加热程序空烧石墨管两次。

5.4.3 将 20 μL 试液(5.3)注入原子化器中,按拟订程序于波长 283.3 nm 处测量铅的吸收峰面积,每份试液测定三次,取其平均值减去空白平均值,从工作曲线上查得相应的铅量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铅标准溶液(3.8)于一组 100 mL 容量瓶中,匹配以和样品测定体系中相同量的钴基体溶液(3.5),加入 4 mL 硝酸(3.2),以水定容。

5.5.2 与试液同时测定系列标准溶液的吸收峰面积,减去“零”浓度标准溶液的吸收峰面积,以铅浓度为横坐标,吸收峰面积为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算铅的质量分数 w_{Pb} ,数值以 % 表示。

$$w_{Pb} = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的铅质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

前 言

GB/T 23273《草酸钴化学分析方法》共 8 个部分:

- 第 1 部分:钴量的测定 电位滴定法
 - 第 2 部分:铅量的测定 电热原子吸收光谱法
 - 第 3 部分:砷量的测定 氢化物发生—原子荧光光谱法
 - 第 4 部分:硅量的测定 钼蓝分光光度法
 - 第 5 部分:钙、镁、钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
 - 第 6 部分:氯离子量的测定 离子选择性电极法
 - 第 7 部分:硫酸根离子量的测定 燃烧-碘量法
 - 第 8 部分:镍、铜、铁、锌、铝、锰、铅、砷、钙、镁、钠量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 本部分为第 2 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人:张发志、于乾勇、杨媛媛、吕庆成、李希凯、林秀英、于力、汤淑芳、戴凤英、刘天平。