

ICS 77.120.70
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 23273.3—2009

GB/T 23273.3—2009

草酸钴化学分析方法 第3部分:砷量的测定 氢化物发生—原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of cobalt oxalate—
Part 3: Determination of arsenic content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

中华人民共和国
国家标准
草酸钴化学分析方法
第3部分:砷量的测定
氢化物发生—原子荧光光谱法
GB/T 23273.3—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

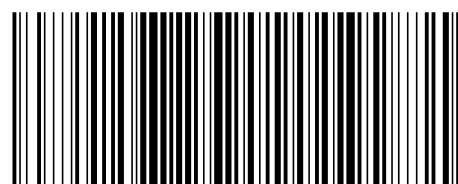
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

书号:155066·1-37020 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 23273.3—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

——精密度:用 20 ng/mL 的砷标准溶液测量 10 次荧光强度,其标准偏差不应超过平均荧光强度的 2.0%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值之比,应不小于 0.80。

参考工作条件见表 1、表 2:

表 1 仪器工作条件

灯电流/ mA	辅阴极电流/ mA	负高压/ V	载气(氩)流量/ (L/min)	屏蔽气(氩)流量/ (L/min)	读数时间/ s	延迟时间/ s	读数 方式	观察高度/ mm
60	25	280	0.4	0.8	12	0.5	峰面积	8

表 2 断续流动自动加液器参数设置

步骤	时间/s	转速/(r/min)	读数
1	6	0	NO
2	10	100	NO
3	6	0	NO
4	17	120	YES

5 分析步骤

5.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3 称样量

砷的质量分数/%	称样量(m_0)/g
0.000 1~0.001	0.500
>0.001~0.004	0.200

5.2 空白实验

随同试料做空白实验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.2)在约 80 °C 左右的温度下溶解完全,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸(3.1),加入 10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.6),混匀,空白试液加入 10.00 mL 钴基体溶液(3.8),以水定容(V_0),放置 20 min。

5.3.2 用硼氢化钾溶液(3.7)作为还原剂,盐酸(3.3)作为载流,氩气(3.11)作为屏蔽气和载气,于原子荧光光谱仪上,与系列标准溶液平行测量试液(5.3.1)的荧光强度,减去空白试液的荧光强度,从工作曲线上查出相应的砷浓度(ρ)。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL 砷标准溶液(3.10)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(3.8),加入 25 mL~30 mL 盐酸(3.1),加入 10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.6),混匀,以水定容,放置 20 min。

5.4.2 在与测量试液(5.3.1)相同条件下,测量系列标准溶液的荧光强度,减去“零”浓度溶液的荧光强度。以砷浓度为横坐标,以荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算砷的质量分数 w_{As} ,数值以 % 表示:

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 3 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、张喆文、秦霞、黄桂花、林秀英、汤淑芳、于力、刘天平、戴凤英。