

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表4数据采用线性内插法求得:

表4 再现性限 %

钙的质量分数	R	镁的质量分数	R	钠的质量分数	R
0.001	0.000 3	0.001	0.000 3	0.001	0.000 3
0.005	0.001 5	0.005	0.001 5	0.005	0.001 5
0.01	0.003	0.01	0.003	0.01	0.003

注:再现性(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。



中华人民共和国国家标准

GB/T 23273.5—2009

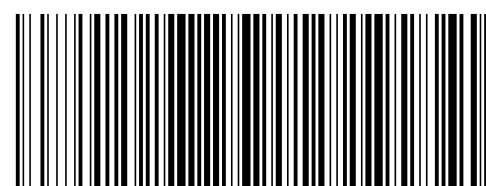
GB/T 23273.5—2009

草酸钴化学分析方法

第5部分:钙、镁、钠量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of cobalt oxalate—
Part 5: Determination of calcium, magnesium and sodium content—
Flame atomic absorption spectrometry



GB/T 23273.5—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-37022

定价: 14.00 元

2009-01-15 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

中华人民共和国
国家标准
草酸钴化学分析方法
第5部分:钙、镁、钠量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 23273.5—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 9 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷
*
书号: 155066·1-37022 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

(3.6)于一组 50 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(3.4),加入 2 mL 硝酸(3.2),以水定容。与测量试液相同的条件下,测量系列标准溶液的吸光度(减去“零”浓度溶液的吸光度),以钙的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.2 镁工作曲线:准确移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 镁标准溶液(3.8)于一组 50 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(3.4),加入 2 mL 硝酸(3.2),以水定容。与测量试液相同的条件下,测量系列标准溶液的吸光度(减去“零”浓度溶液的吸光度),以镁的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.3 钠工作曲线:准确移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钠标准溶液(3.10)于一组 50 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(3.4),加入 2 mL 硝酸(3.2),加入 5.0 mL 氯化铯溶液(3.3),以水定容。与测量试液相同的条件下,测量系列标准溶液的吸光度(减去“零”浓度溶液的吸光度),以钠的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算钙的质量分数 w_{Ca} ,数值以%表示。

$$w_{Ca} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的钙浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

按式(2)分别计算镁、钠的质量分数 w_{Mg} 、 w_{Na} ,数值以%表示。

$$w_{Mg}, w_{Na} = \frac{\rho \cdot V \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的镁(钠)的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试液分取后的稀释体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

所得结果保留两位有效数字。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表3数据采用线性内插法求得:

表3 重复性限 %

钙的质量分数	r	镁的质量分数	r	钠的质量分数	r
0.001	0.000 2	0.001	0.000 2	0.001	0.000 2
0.005	0.001	0.005	0.001	0.005	0.001
0.01	0.002	0.01	0.002	0.01	0.002

注:重复性(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钙、镁、钠空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——灵敏度:在与测量试液基本一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 $0.05 \mu\text{g/mL}$;镁的特征浓度应不大于 $0.005 \mu\text{g/mL}$;钠的特征浓度应不大于 $0.01 \mu\text{g/mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的1.5%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量10次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度的标准溶液平均吸光度的0.5%。

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

原子吸收光谱仪测定钙、镁、钠含量时的仪器参考工作条件见表1。

表1 仪器工作条件

测定元素	波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/nm	空气流量/(L/min)	乙炔气流量/(L/min)
Ca	422.7	10	0.7	6.0	1.5
Mg	285.2	6	0.7	6.0	1.5
Na	589.0	8	0.2	6.0	1.5

5 分析步骤

5.1 试料

称取 $1.000 \text{ g}(m)$ 试样两份(一份置于250 mL烧杯中,用于测定钙、镁;另一份置于250 mL石英烧杯中,用于测定钠),精确到 0.0001 g 。

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),加入20 mL硝酸(3.2),盖上表皿,加热溶解,取下稍冷后用水洗涤表皿和杯壁,煮沸,取下冷却至室温,将溶液移入100 mL(V)容量瓶中,在用于测定钠的容量瓶中加入10.0 mL氯化铯溶液(3.3),以水定容。

5.3.2 按表2规定的分取量,分取适量试液(5.3.1)以水定容后分别进行钙、镁、钠的测定。

表2 测定时试液的分取

测定元素	含量范围/%	分取体积(V_1)/mL	定容体积(V_2)/mL
Ca	0.001~0.01	—	—
Mg	0.001~0.0025	—	—
	>0.0025~0.01	10.00	50.00
Na	0.001~0.005	—	—
	>0.005~0.01	20.00	50.00

5.3.3 用空气-乙炔火焰,分别于原子吸收光谱仪波长422.7 nm、285.2 nm、589.0 nm处,以水调零,与相应的系列标准溶液平行测定试液的吸光度,减去空白溶液的吸光度,从工作曲线上查得相应的钙、镁、钠的浓度。

5.4 工作曲线

5.4.1 钙工作曲线:准确移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL钙标准溶液

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5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、长沙矿冶研究院参加起草。

本部分主要起草人:张发志、于乾勇、赵全民、吕庆成、李希凯、林秀英、姜求韬、杨林、李玉茹。