



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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

1 范围

GB/T 23273 的本部分规定了草酸钴中铅量的测定方法。

本部分适用于草酸钴中铅量的测定。测定范围：0.001%~0.01%。

2 方法提要

试料用硝酸分解，在稀硝酸介质中，于石墨炉原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处，塞曼效应扣除背景，测量其吸收峰面积，按匹配钴基体的标准曲线法计算铅的含量。

3 试剂

分析用水均为二级水或相当纯度的水。实验所用器皿均用热的稀硝酸处理后，用水清洗干净。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硝酸(2+3)。

3.4 硝酸(1+99)。

3.5 钴基体溶液：称取 16.50 g 金属钴(钴的质量分数 \geq 99.98%，含铅 $<$ 0.000 5%)于 1 000 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸(3.2)，盖上表皿，低温加热至完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷至室温，用水冲洗表皿及杯壁，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 16.5 mg 钴。

3.6 铅标准贮存溶液：称取 0.200 0 g 金属铅(铅的质量分数 \geq 99.95%)，置于 150 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.3)，盖上表皿，置于电热板低温处，加热至完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 200 mL 容量瓶中，加入 20 mL 硝酸(3.2)，以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.7 铅标准溶液 A：移取 10.00 mL 铅标准贮存溶液(3.6)，于 1 000 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.2)，以水定容。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铅。

3.8 铅标准溶液 B：移取 10.00 mL 铅标准溶液 A，于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.2)，以水定容，此溶液 1 mL 含 1 μ g 铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪，配有石墨炉原子化器、具有塞曼效应扣除背景功能、自动进样器，附铅空心阴极灯。

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，铅的特征质量应不大于 50 pg。

——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 1.0%；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 0.70。