



中华人民共和国国家标准

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

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

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

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。

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

1 范围

GB/T 23273 的本部分规定了草酸钴中钙、镁、钠量的测定方法。

本部分适用于草酸钴中钙、镁、钠量的测定。测定范围：钙 0.001%~0.01%；镁 0.001%~0.01%；钠 0.001%~0.01%。

2 方法提要

试料用硝酸分解，在稀硝酸介质中，用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪 422.7 nm 处测量钙的吸光度，于 285.2 nm 处测定镁的吸光度，于原子吸收光谱仪 589.0 nm 处测量钠的吸光度，按匹配钴基体的标准曲线法计算钙、镁、钠的量。

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充分洗涤后，用水清洗干净。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 氯化铯溶液(5 g/L)：以光谱纯氯化铯配制。

3.4 钴基体溶液：称取 2.500 g 金属钴(钴的质量分数 \geq 99.98%，钙的质量分数 $<$ 0.000 5%，镁的质量分数 $<$ 0.000 5%，钠的质量分数 $<$ 0.000 5%)，置于 500 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸(3.2)完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物。取下，冷至室温，移入 100 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 25 mg 钴。

3.5 钙标准贮存溶液：称取 0.700 0 g 氧化钙(高纯，预先经过 800 °C 灼烧至恒重，并在干燥器中冷至室温)置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.2)，低温溶解后，用水洗涤表皿及杯壁，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 钙。

3.6 钙标准溶液：移取 10.00 mL 钙标准贮存溶液(3.5)，于 100 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 50 μ g 钙。

3.7 镁标准贮存溶液：称取 0.165 8 g 氧化镁(高纯，预先经 800 °C 下灼烧至恒重，并在干燥器中冷至室温)置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.2)，驱赶酸烟后取下，用水洗涤表皿及杯壁，冷却后，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容，此溶液 1 mL 含有 0.1 mg 镁。

3.8 镁标准溶液：移取 5.00 mL 镁标准贮存溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 5 μ g 镁。

3.9 钠标准贮存溶液：称取 0.254 2 g 氯化钠(基准试剂，预先经过 550 °C 灼烧至恒重，并在干燥器中冷至室温)置于 150 mL 烧杯中，加水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容后移入塑料瓶中，此溶液 1 mL 含有 0.1 mg 钠。

3.10 钠标准溶液：移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液(3.9)于 200 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 5 μ g 钠。