



中华人民共和国国家标准

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

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 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。

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

1 范围

GB/T 23273 的本部分规定了草酸钴中砷量的测定方法。

本部分适用于草酸钴中砷量的测定。测定范围:0.000 1%~0.004%。

2 方法提要

试料用盐酸分解,在盐酸介质中,用硫脲-抗坏血酸进行预还原,砷在氢化物发生器中,被硼氢化钾还原为氢化物,用氩气导入原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度,按匹配钴基体的标准曲线法计算砷的含量。

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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+3)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 硫脲-抗坏血酸混合溶液(100 g/L):称取 10.0 g 硫脲,加入约 80 mL 水加热溶解,冷却后加入 10.0 g 抗坏血酸,溶解后稀释至 100 mL,混匀,现用现配。

3.7 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 2.0 g 硼氢化钾,加入 100 mL 氢氧化钠溶液(5 g/L)溶解,混匀。用时现配。

3.8 钴基体溶液(含钴 16 g/L):称取 1.600 0 g 金属钴(钴的质量分数 \geq 99.98%,其中砷的质量分数 $<$ 0.000 1%),加入 20 mL 硝酸(3.5)溶解,稍冷后,加入 10 mL 盐酸(3.1)溶解至小体积,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,以水定容。

3.9 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(三氧化二砷质量分数 \geq 99.9%,预先置于硫酸干燥器中干燥至恒重)于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),盖上表皿,低温溶解,加 5 mL 水,2 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L),用盐酸(3.2)中和至红色刚消失后再过量 2 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。

3.10 砷标准溶液:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.9)于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.2),以水定容。此溶液 1 mL 含 1 μ g 砷。

3.11 氩气(Ar \geq 99.99%)。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附砷高强度空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标者均可使用。

——检出极限:不大于 0.5 ng/mL。