



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.9—2009

锑及三氧化二锑化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—
Determination of cadmium content—Flame atomic absorption
spectrometric method

2009-04-08 发布

2010-02-01 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 3253《锑及三氧化二锑化学分析方法》共有 11 个部分：

- GB/T 3253.1—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法；
- GB/T 3253.2—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- GB/T 3253.3—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.4—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 锑中硫量的测定 燃烧中和法；
- GB/T 3253.5—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.6—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.7—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.8—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定 碘量法；
- GB/T 3253.9—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.10—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.11—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铊量的测定 原子吸收光谱法。

本部分为第 9 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。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位：华锡集团有限责任公司、湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人：崔德海、宋应球、吴东华、宗屹、程辉、吴少波、陆振溢。

铈及三氧化二铈化学分析方法

镉量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 3253 的本部分规定了铈及三氧化二铈中镉量的测定方法。

本部分适用于铈及三氧化二铈中镉量的测定。测定范围:0.000 1%~0.010 0%。

2 方法提要

试料用王水溶解(三氧化二铈试料用氢溴酸溶解),用盐酸-氢溴酸挥铈,盐酸溶解残渣,在盐酸介质中于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处测定镉的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

3.4 王水。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 镉标准贮存溶液

3.6.1 镉贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯镉(质量分数 \geq 99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.5),加热到完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含镉量为 100 μ g/mL。

3.6.2 镉标准溶液:移取 10 mL 镉贮存液(3.6.1)于 100 mL 容量瓶中加入 5 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液含镉量为 10 μ g/mL。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附镉空心阴极灯。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:在与测量基本相一致的溶液中,镉的特征浓度不应大于 0.014 μ g/mL;

——精密度:用最高浓度标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.00%,用最低浓度(不是零浓度)标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.50%;

——工作曲线线性:将工作曲线等分成五段,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 0.8。

原子吸收光谱仪的参考工作条件:

——波长 228.8 nm;

——灯电流 2.0 mA;

——贫燃火焰。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

镉的质量分数/%	试料量/g
0.000 1~0.002 0	1.0
>0.002 0~0.004 0	0.50
>0.004 0~0.010 0	0.20

5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 试料

5.4.1.1 锑试料

将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 8 mL 王水(3.4),低温加热蒸干,冷却。加入 1 mL 盐酸(3.1)、5 mL 氢溴酸(3.3),低温加热蒸干,稍冷。加入 3 mL 盐酸(3.1)、1 mL 氢溴酸(3.3),低温加热蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1),低温加热蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1),并沿杯壁吹入约 5 mL 水,煮沸溶解残渣。将溶液移入 25 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.4.1.2 三氧化二锑试料

将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加少量水润湿,8 mL 氢溴酸(3.3),摇动片刻,低温加热蒸干,冷却。加入 3 mL 氢溴酸(3.3),低温加热蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1),低温加热蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1),并沿杯壁吹入约 5 mL 水,煮沸溶解残渣。将溶液移入 25 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,以水调零,测量溶液的吸光度。减去随同试料的空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的镉浓度。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0 mL、0.40 mL、1.00 mL、4.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 镉标准溶液(3.6.2)分别置于一组 100 mL 的容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。

5.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以镉浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

镉含量以镉的质量分数 $w(\text{Cd})$ 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{Cd}) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

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

V ——试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至四位小数。

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2数据采用线性内插法求得:

表2 重复性限

$w(\text{Cd})/\%$	0.000 1	0.001 2	0.003 0	0.006 2	0.010 4
$r/\%$	0.000 1	0.000 2	0.000 4	0.000 5	0.001 5
重复性(r)为 $2.83S_r$, S_r 为重复性标准差。					

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3数据采用线性内插法求得:

表3 再现性限

$w(\text{Cd})/\%$	0.000 1	0.001 2	0.003 0	0.006 2	0.010 4
$R/\%$	0.000 1	0.000 3	0.000 5	0.000 8	0.001 5
再现性(R)为 $2.83S_R$, 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(当前两者没有时,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。