



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.4—2010
代替 GB/T 14353.4—1993

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第4部分：镉量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—
Part 4: Determination of cadmium content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量测定；
- 第 2 部分：铅量测定；
- 第 3 部分：锌量测定；
- 第 4 部分：镉量测定；
- 第 5 部分：镍量测定；
- 第 6 部分：钴量测定；
- 第 7 部分：砷量测定；
- 第 8 部分：铋量测定；
- 第 9 部分：钼量测定；
- 第 10 部分：钨量测定；
- 第 11 部分：银量测定；
- 第 12 部分：硫量测定；
- 第 13 部分：镓量、铟量和铊量测定；
- 第 14 部分：锗量测定；
- 第 15 部分：硒量测定；
- 第 16 部分：碲量测定；
- 第 17 部分：铼量测定；
- 第 18 部分：铜量、铅量、锌量、钴量和镍量测定。

本部分为 GB/T 14353 的第 4 部分。

本部分代替 GB/T 14353.4—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 镉的测定》。

本部分与 GB/T 14353.4—1993 相比，主要变化如下：

- 增加了警示、警告内容；
- 修改了试样干燥温度。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人：王龙山、李小寒。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14353.4—1993。

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

第4部分：镉量测定

警示：使用本部分的人员应经过相关专业的技术培训，具有一定的工作经验。本部分并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14353 的本部分规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中镉量的测定方法。

本部分适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中镉量的测定。

测定范围：火焰原子吸收分光光度法 $5\ \mu\text{g/g} \sim 1\ 000\ \mu\text{g/g}$ 的镉；石墨炉原子吸收分光光度法 $0.1\ \mu\text{g/g} \sim 5\ \mu\text{g/g}$ 的镉。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14353 的本部分的引用而成为本部分的条款，凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 火焰原子吸收分光光度法

3.1 原理

试料经王水（或氢氟酸、王水、高氯酸）分解后，在 5% 盐酸介质中（或硼酸-盐酸介质），使用空气-乙炔火焰。于波长 228.8 nm 处，用原子吸收分光光度计测定吸光度，计算镉量。

3.2 试剂

本部分除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

3.2.1 盐酸($\rho 1.19\ \text{g/mL}$)。

3.2.2 硝酸($\rho 1.42\ \text{g/mL}$)。

3.2.3 氢氟酸($\rho 1.13\ \text{g/mL}$)，警告：氢氟酸有毒、具有强腐蚀性，操作时应戴手套，防止与皮肤接触！

3.2.4 高氯酸($\rho 1.67\ \text{g/mL}$)，警告：易爆品，使用时小心！

3.2.5 王水($\text{HCl} + \text{HNO}_3 = 3 + 1$)新鲜配制。

3.2.6 盐酸(1+1)。

3.2.7 硼酸溶液(60 g/L)。

3.2.8 镉标准溶液配制：

- 镉标准储备溶液 [$\rho(\text{Cd}) = 1.00\ \text{mg/mL}$]：称取 1.000 0 g 金属镉(99.99%)，置于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，沿杯壁加入 20 mL 硝酸(1+1)，微热溶解，冷却至室温，用水洗去表面皿，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；
- 镉标准溶液 [$\rho(\text{Cd}) = 10.0\ \mu\text{g/mL}$]：移取 10.00 mL 镉标准储备溶液[3.2.8a)]，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.3 仪器

3.3.1 原子吸收分光光度计，配镉元素空心阴极灯。

3.3.2 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

3.4 试样

3.4.1 按照 GB/T 14505 的相关规定,加工试样的粒径应小于 97 μm 。

3.4.2 试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

根据试样中镉量,按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

镉量/ ($\mu\text{g/g}$)	试料量/ g
5~100	1.0
>100~200	0.5
>200~500	0.2
>500~1 000	0.1

3.5.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

3.5.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量接近的标准物质。

3.5.4 试料分解

3.5.4.1 一般试料

将试料(3.5.1)置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 20 mL 盐酸(3.2.1),盖上表面皿,于电热板上加热溶解 20 min,加入 5 mL 硝酸(3.2.2),继续加热溶解,待试料溶解完全后,用适量水洗去表面皿,蒸发至干,加入 5 mL 盐酸(3.2.6)和适量水,盖上表面皿,加热溶解盐类,取下,用适量水洗去表面皿,冷却至室温后,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,澄清后备用。

3.5.4.2 含硅高试料

将试料(3.5.1)置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氟酸(3.2.3),加盖,放置过夜,移去盖子,加入 10 mL 王水(3.2.5),0.5 mL 高氯酸(3.2.4),加盖,在低温电热板上煮沸 30 min,用适量水洗去盖子,继续在电热板上加热至高氯酸白烟冒尽,取下冷却,加入 5 mL 盐酸(3.2.6),5 mL 硼酸溶液(3.2.7),温热溶解盐类,取下,冷却至室温后,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,澄清。

3.5.5 校准溶液系列配制

分取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镉标准溶液[3.2.8b)],分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.2.6),用水稀释至刻度,摇匀。

注:若用氢氟酸、王水、高氯酸分解试料,补加 5 mL 硼酸溶液(3.2.7)。

3.5.6 测定

警告:应按照原子吸收分光光度计仪器使用规程点燃和熄灭空气-乙炔火焰燃烧器,以避免可能的爆炸危险。

用原子吸收分光光度计,参照仪器工作条件(参见 A.1.1),调整仪器参数至最佳状态。分别测量校准系列溶液和试料溶液的吸光度值,同时进行空白试验溶液和验证试验溶液的测定(参见 A.2)。

3.5.7 校准曲线绘制

以镉量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制镉的校准曲线,从校准曲线上得到相应的镉量。

3.6 结果计算

镉量以质量分数 $w(\text{Cd})$ 计,数值用 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Cd}) = \frac{(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上得到试料溶液中的镉量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上得到空白试验溶液的镉量,单位为微克(μg);
- m ——试料量,单位为克(g)。

计算结果表示为:X.XX、XX.X、XXX。

3.7 精密度

火焰原子吸收分光光度法测定镉的方法精密度见表 2。

表 2 火焰原子吸收分光光度法测定镉的精密度 单位为微克每克

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Cd	2.57~843	$r=0.506\ 3+0.047\ 7m$	$R=0.857\ 7+0.116\ 6m$
注:精密度数据由 4 家实验室对 4 个水平的试样进行试验确定。			

4 石墨炉原子吸收分光光度法

4.1 原理

试料经氢氟酸-硫酸-硝酸分解,在 2% 的硫酸介质中,于波长 228.8 nm 处,采用石墨炉原子吸收分光光度计测定镉量。

4.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

- 4.2.1 氢氟酸($\rho 1.13\ \text{g/mL}$),警告:氢氟酸有毒、有腐蚀性,操作时应戴手套,防止与皮肤接触!
- 4.2.2 硝酸($\rho 1.42\ \text{g/mL}$)。
- 4.2.3 硫酸(1+1),警告:不当的稀释易发生危险!
- 4.2.4 镉标准溶液配制:
 - a) 镉标准储备溶液[$\rho(\text{Cd})=200.0\ \mu\text{g/mL}$]:称取 0.100 0 g 金属镉(99.99%),置入 100 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿杯壁加入 10 mL 硝酸(1+1),加热溶解,低温蒸干。冷却,用少量水洗去表面皿,加 5 mL 盐酸($\rho 1.19\ \text{g/mL}$),赶硝酸,蒸干,重复一次。再加 10 mL 盐酸($\rho 1.19\ \text{g/mL}$)溶解盐类,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
 - b) 镉标准溶液[$\rho(\text{Cd})=0.04\ \mu\text{g/mL}$]:分取镉标准储备溶液[4.2.4a)],用盐酸溶液(2+98)逐级稀释配制成每毫升含 0.04 μg 的镉标准溶液,用时现配。

4.3 仪器

- 4.3.1 石墨炉原子吸收分光光度计(带塞曼效应或连续光谱灯背景校正器),配镉元素空心阴极灯。
- 4.3.2 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

4.4 试样

- 4.4.1 按照 GB/T 14505 的相关要求,加工试样的粒径应小于 97 μm 。
- 4.4.2 试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

根据试样中镉量,按表 3 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 3 试料量

镉量/ ($\mu\text{g/g}$)	试料量/ g	试液总体积/ mL	分取试液体积/ mL
0.1~0.15	0.1	10.00	—
>0.15~0.35	0.1	25.00	—
>0.35~0.7	0.1	50.00	—
>0.7~1.4	0.1	50.00	25.00
>1.4~3	0.1	50.00	10.00
>3~5	0.1	50.00	5.00

4.5.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

4.5.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量接近的标准物质。

4.5.4 试料分解

将试料(4.5.1)置于聚四氟乙烯坩埚中,加入 3 mL 氢氟酸(4.2.1)、1 mL 硫酸(4.2.3)于中温电热板上加热分解,当硫酸刚冒烟时取下,稍冷,加 5 滴硝酸(4.2.2)继续加热冒烟至湿盐状,取下,稍冷,小心加入适量水,温热溶解盐类,冷却至室温后,用水移入 10 mL 或 50 mL 比色管(或容量瓶)中,并稀释至刻度,摇匀、澄清。

4.5.5 校准溶液系列配制

分取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 镉标准溶液[4.2.4b)],分别置于一组聚四氟乙烯坩埚中,以下按分析步骤(4.5.4)操作。

4.5.6 测定

在石墨炉原子吸收分光光度计上,按照仪器工作条件(参见 A.1.2、A.1.3),分别测量校准系列溶液和试料溶液中镉的吸光度,同时进行空白试验和验证试验溶液的测定。每个试液测定两次,以平均值作为测量值。

4.5.7 校准曲线绘制

以镉量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上得到相应的镉量。

4.6 结果计算

镉量以质量分数 $w(\text{Cd})$ 计,数值用 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(2)计算:

$$w(\text{Cd}) = \frac{(m_1 - m_0)V}{mV_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上得到分取试料溶液中的镉量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上得到空白试验溶液中的镉量,单位为微克(μg);
- V ——试料溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试料溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

4.7 精密度

石墨炉原子吸收分光光度法测定镉量的精密度见表 4。



表 4 石墨炉原子吸收分光光度计测定镉量的精密度 单位为微克每克

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Cd	0.168~3.03	$r=0.021\ 1+0.231\ 9m$	$R=-0.059\ 5+0.667\ 5m$
注：精密度由 4 个实验室对 4 个水平的试样进行试验确定。			

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作参考条件和其他说明

A.1 仪器工作参考条件

A.1.1 火焰原子吸收分光光度计参考工作条件

见表 A.1。

表 A.1 火焰原子吸收分光光度计参考工作条件

波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	燃烧器高度/ mm	空气压力/ MPa	乙炔压力/ MPa
228.8	7.5	1.3	7.5	0.16	0.03

A.1.2 石墨炉原子吸收分光光度计参考工作条件

见表 A.2。

表 A.2 石墨炉原子吸收分光光度计参考工作条件

波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	原子化器	氩气流量/ (mL/min)	进样体积/ μ L
228.8	10	1.3	普通管型	200	20

A.1.3 石墨炉原子化器加温程序

见表 A.3。

表 A.3 石墨炉原子化器加温程序

步 骤	温度/ $^{\circ}$ C	时间/ s
干燥	80~120	30
灰化	300	30
原子化	1 000	3
清洗	2 400	3

A.2 其他有关说明

A.2.1 在本部分实验条件下,分别共存下列含量的元素(离子),不影响镉的测定:Na、K、Mg、Ca、Al、Pb、Cr、Fe、Co、Ni、Cu、Zn 各(1 000 μ g/mL);Li、Sr、Ba、Si、Sn、V、Mo、Mn 各(500 μ g/mL);As(300 μ g/mL);W(200 μ g/mL);Ga、In、Tl、Zr、Ag、Hg 各(100 μ g/mL)。

A.2.2 在本部分实验条件下,不需分离富集,不加任何基体改进剂,采用低温灰化(300 $^{\circ}$ C)以避免镉在灰化过程中的损失,采用低温光控原子化(1 000 $^{\circ}$ C)使镉原子化信号与基体引起的背景吸收信号相分离。



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第 4 部分：镉量测定

GB/T 14353.4—2010

*

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 0.75 字数 13 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-41010

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



GB/T 14353.4—2010