



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.3—2004
代替 GB/T 12689.12—1990

锌及锌合金化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys
—The determination of cadmium content
—The flame atomic absorption spectrometric method

2004-04-30 发布

2004-10-01 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

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 3 部分。

本部分是对 GB/T 12689.12—1990《锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镉量》的修订。

本部分与 GB/T 12689.12—1990 相比,主要有如下变动:

——对文本格式进行了修改,补充了精密度、质量保证和控制条款;

——测定范围由 0.001%~0.5%修改为 0.000 5%~0.500%。

本部分代替 GB/T 12689.12—1990。

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。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分由葫芦岛有色集团公司起草。

本部分由水口山有色金属公司、白银公司西北铅锌冶炼厂、株洲冶炼集团公司参加起草。

本部分主要起草人:李遵义、代瑶、李合庆。

本部分主要验证人:谭平生、陶明、徐瑛。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 473—1976;

——GB/T 12689.12—1990。

锌及锌合金化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中镉含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中镉含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.500%。

2 方法原理

试料用硝酸分解,在稀硝酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,用空气-乙炔火焰测量镉的吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1)。

3.2.2 锌基体溶液(200 g/L):称取 50 g 基体锌(锌 \geq 99.995%,镉 $<$ 0.000 2%),溶于最少量的硝酸(1+1)中,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.3 标准溶液

3.3.1 镉标准贮存溶液:称取 0.250 0 g 金属镉(\geq 99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2.1),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,加硝酸 50 mL(3.1)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 250 μ g 镉。

3.3.2 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.2.1)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 μ g 镉。

3.3.3 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(3.3.1)于 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.1)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 镉。

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:

- 特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,镉的特征浓度应不大于 0.043 μ g/mL。
- 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”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 0.5%。
- 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 0.7。
- 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，在原子化区测定。

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

镉含量(质量分数)/%	试料/g	试液总体积/mL
0.000 5~0.002 5	1.000	50
>0.002 5~0.025	1.000	100
>0.025~0.125	0.500	250
>0.125~0.500	0.500	250

5.2 空白试验

随同试料做空白试验(匹配基体的需做基体空白试验)。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中，加 10 mL~30 mL 硝酸(3.2.1)，低温加热煮沸至溶解完全，冷却，按表 1 移入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。(镉含量大于 0.125% 时，分取 20.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀)。

5.3.2 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，减去试料空白溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的镉的浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 含量 0.000 5%~0.002 5% 的工作曲线

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 镉标准溶液(3.3.3)于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 10.00 mL 锌溶液(3.2.2)和 20 mL 硝酸(3.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。该标准溶液对应的镉的浓度是 0.0、10、0.20、0.30、0.40、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.4.2 含量 0.002 5%~0.025% 的工作曲线

移取 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 镉标准溶液(3.3.2)于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 5.00 mL 锌溶液(3.2.2)和 10 mL 硝酸(3.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。该标准溶液对应的镉的浓度是 0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.4.3 含量 0.025%~0.500% 的工作曲线

移取 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 镉标准溶液(3.3.2)于一组 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。该标准溶液对应的镉的浓度是 0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.4.4 在与试料溶液相同的测定条件下测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“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

按下式计算镉含量 $w(\text{Cd})$ ：

$$w(\text{Cd})(\%) = \frac{C \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中：

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

V_0 ——试液总体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至三位小数,若称量小于0.010%时表示至四位小数。

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

$w(\text{Cd})/\%$	0.000 6	0.002 1	0.009 7	0.040	0.160
$r/\%$	0.000 1	0.000 2	0.000 8	0.003	0.008

注:重复性(r)为 $2.8 S_r$, S_r 为重复性标准差。

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表 3

%

$w(\text{Cd})$	允 许 差
0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.004 0	0.000 5
>0.004 0~0.010	0.001
>0.010~0.030	0.003
>0.030~0.060	0.006
>0.060~0.100	0.008
>0.100~0.200	0.010
>0.200~0.500	0.025

8 质量保证和控制

应用国家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),每周或每两周校准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,重新进行校准。