

表 1 精密度

单位为微克每克

成 分	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Cd	0.05~0.65	$r=0.010+0.133m$	$R=0.293m^{0.76}$

注：本精密度数据是由 5 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。

GB/T 14506.24—2010



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.24—2010  
代替 GB/T 14506.24—1993

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 24 部分：镉量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 24: Determination of cadmium content



GB/T 14506.24—2010

版权专有 侵权必究

\*

书号：155066 · 1-40968

定价： 14.00 元

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  
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  
硅酸盐岩石化学分析方法  
第24部分:镉量测定  
GB/T 14506.24—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 0.5 字数 10 千字  
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-40968 定价 14.00 元

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

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料(7.2)置于18 mL瓷坩埚中,放入高温炉中,从低温升温至550℃~600℃,保持半小时,取出,冷却。转入50 mL聚四氟乙烯烧杯中,用少量水洗涤坩埚,加入15 mL盐酸(4.1),盖上表面皿,置于电热板上,加热片刻,加入5 mL硝酸(4.5),继续加热,约半小时后,用水吹洗表面皿后移去,蒸发溶液至1 mL左右,加入10 mL氢氟酸(4.7)及1 mL高氯酸(4.8),低温加热分解试料,蒸发至冒白烟,取下稍冷,再加入5 mL氢氟酸(4.7)继续加热至试料分解完全,蒸发至冒白烟,稍冷,用水吹洗杯壁,再蒸发至白烟冒尽,稍冷。趁烧杯尚保持余热时,加入8.0 mL盐酸(4.2)溶解盐类,需要时可以盖上表面皿加热助溶,加入16 mL水使溶液最后酸度为2 mol/L。

注:如发现最后的溶液不十分清澈时,可以加入2滴~4滴聚环氧乙烷溶液(0.05%),轻轻摇动烧杯(切勿搅拌),放置片刻后上柱。

7.5.2 离子交换分离富集

将溶液(7.5.1)经漏斗[在滤纸上加入少许纸浆,并先用盐酸(4.4)洗几次]过滤入交换柱,用盐酸(4.4)洗涤烧杯及滤纸,直至滤纸上三氯化铁的黄色洗净,移去漏斗,再洗树脂数次,流出液弃去。然后每次用60℃~80℃的5 mL热硝酸(4.6)洗提镉共5次~6次,用50 mL烧杯承接洗提流出液。

7.5.3 处理洗提液

在洗提流出液(7.5.2)中加入0.5 mL高氯酸(4.8),蒸发至冒白烟,稍冷,用水吹洗杯壁,再蒸发至白烟冒尽,加入2 mL盐酸(4.2),再蒸干,稍冷。

7.5.4 定容

趁烧杯尚保持余热时,加入0.25 mL盐酸(4.3)及0.5 mL四乙基溴(碘)化铵溶液(4.9),再加入0.5 mL碘化钾溶液(4.10),用细水流移入已有1 mL抗坏血酸溶液(4.11)的10 mL具塞比色管中并稀释至刻度,摇匀。

7.6 校准溶液系列的配制

取0 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL镉标准溶液[4.13c],置于一系列25 mL烧杯中,蒸干。以下按(7.5.4)分析步骤进行。

7.7 极谱测定

将部分溶液倾入电解池中,用示波极谱仪导数部分进行测定,起始电位为-0.40 V。同时进行校准溶液系列的极谱测定。

7.8 校准曲线绘制

以镉量为横坐标,峰高为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的镉量。

8 结果计算

8.1 计算结果以质量分数w(Cd)计,数值以μg/g表示,按式(1)计算镉量:

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

式中:

- m<sub>1</sub>——从校准曲线上查得试料溶液的镉量,单位为微克(μg);
- m<sub>0</sub>——从校准曲线上查得试料空白溶液的镉量,单位为微克(μg);
- m——试料量,单位为克(g)。

8.2 分析结果以0.0x μg/g、0.xx μg/g、x.xx μg/g表示。

9 精密度

硅酸盐岩石中镉量测定结果的精密度见表1。

## 4.12 717 型阴离子交换树脂:

- a) 树脂的处理:将市售 717 型阴离子交换树脂烘干后,用棒磨碎样机破碎,取 60 筛孔~80 筛孔和 40 筛孔~60 筛孔的树脂按 1:1 混合均匀。先用氢氧化钠溶液(40 g/L)浸泡 4 h,用倾泻法洗至中性,然后用硝酸(4.6)浸泡 4 h,洗至中性备用;
- b) 交换柱的装填:取内径为 0.5 cm~0.6 cm、长为 10 cm~12 cm 的交换柱(或以短颈漏斗代替),下端塞一团尼龙丝或玻璃纤维,在柱中注满水,用自然沉降法将树脂[4.12a)]倾入柱中使树脂高度达 5 cm~6 cm,再在上端塞一团尼龙丝或玻璃纤维,控制流速为 1.5 mL/min~2.0 mL/min,用盐酸(4.4)平衡后备用;
- c) 交换柱的再生:交换柱使用过后,用热水洗涤至中性(pH 试纸检查),再用盐酸(4.4)平衡后备用。经多次使用后,如发现流速减慢,则用新树脂重新装柱。

## 4.13 镉标准溶液:

- a) 镉标准溶液(100.0 μg/mL):  
称取 0.114 2 g 预先经 700 °C 灼烧 2 h,并置于干燥器中冷却的高纯氧化镉,置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(4.2)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 100.0 μg 镉;
- b) 镉标准溶液(5.0 μg/mL):  
分取 25.0 mL 镉标准溶液[4.13a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 5.0 μg 镉;
- c) 镉标准溶液(0.20 μg/mL):  
分取 20.0 mL 镉标准溶液[4.13b)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 0.20 μg 镉。

## 5 仪器

警告——应按照极谱仪仪器使用规程,在有良好通风条件并经活性炭吸附处理汞的设施中进行操作,以避免汞对环境的污染。

5.1 示波极谱仪,参比电极:饱和甘汞电极。

5.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

## 6 试样

6.1 试样粒径应小于 74 μm。

6.2 试样应在 105 °C 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

## 7 分析步骤

## 7.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

## 7.2 试料量

称取 1 g 试料,精确至 0.1 mg。

## 7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

## 7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

## 前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成:

- 第 1 部分:吸附水量测定;
- 第 2 部分:化合水量测定;
- 第 3 部分:二氧化硅量测定;
- 第 4 部分:三氧化二铝量测定;
- 第 5 部分:总铁量测定;
- 第 6 部分:氧化钙量测定;
- 第 7 部分:氧化镁量测定;
- 第 8 部分:二氧化钛量测定;
- 第 9 部分:五氧化二磷量测定;
- 第 10 部分:氧化锰量测定;
- 第 11 部分:氧化钾和氧化钠量测定;
- 第 12 部分:氟量测定;
- 第 13 部分:硫量测定;
- 第 14 部分:氧化亚铁量测定;
- 第 15 部分:锂量测定;
- 第 16 部分:铷量测定;
- 第 17 部分:铯量测定;
- 第 18 部分:铜量测定;
- 第 19 部分:铅量测定;
- 第 20 部分:锌量测定;
- 第 21 部分:镍和钴量测定;
- 第 22 部分:钒量测定;
- 第 23 部分:铬量测定;
- 第 24 部分:镉量测定;
- 第 25 部分:钼和钨量测定;
- 第 26 部分:钽量测定;
- 第 27 部分:铈量测定;
- 第 28 部分:16 个主次成分量测定;
- 第 29 部分:稀土等 22 个元素量测定;
- 第 30 部分:44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 24 部分。

本部分代替 GB/T 14506.24—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 盐酸-碘化钾-四乙基溴(碘)化铵底液极谱法测定镉量》。

本部分与 GB/T 14506.24—1993 相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件;
- 增加了警示、警告内容。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。