



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.9—2009

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

中华人民共和国
国家标准
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 3253.9—2009

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 8 千字
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

书号:155066·1-37495 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



GB/T 3253.9—2009

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

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 镉试料

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 三氧化二镉试料

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:

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

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。

前 言

GB/T 3253《镉及三氧化二镉化学分析方法》共有 11 个部分:

- GB/T 3253.1—2008 镉及三氧化二镉化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法;
- GB/T 3253.2—2008 镉及三氧化二镉化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- GB/T 3253.3—2008 镉及三氧化二镉化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- GB/T 3253.4—2009 镉及三氧化二镉化学分析方法 镉中硫量的测定 燃烧中和法;
- GB/T 3253.5—2008 镉及三氧化二镉化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- GB/T 3253.6—2008 镉及三氧化二镉化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法;
- GB/T 3253.7—2009 镉及三氧化二镉化学分析方法 铋量的测定 原子荧光光谱法;
- GB/T 3253.8—2009 镉及三氧化二镉化学分析方法 三氧化二镉量的测定 碘量法;
- GB/T 3253.9—2009 镉及三氧化二镉化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- GB/T 3253.10—2009 镉及三氧化二镉化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法;
- GB/T 3253.11—2009 镉及三氧化二镉化学分析方法 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:锡矿山闪星镉业有限责任公司。

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。