



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.4—93

GB/T 14353.4—93

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 镉的测定

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of cadmium

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
镉的测定

GB/T 14353.4—93

*

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.bzchs.com

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

1994年2月第一版 2005年9月第二次印刷

*

书号: 155066·1-25817 定价 8.00 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

1993-05-12 发布

1994-02-01 实施



GB/T 14353.4—1993

国家技术监督局 发布

表 3

镉含量, $\mu\text{g/g}$	试料, g	试液总体积, mL	分取试液体积, mL
0.1~0.15	0.100 0 \pm 0.000 3	10.00	—
>0.15~0.35	0.100 0 \pm 0.000 3	25.00	—
>0.35~0.7	0.100 0 \pm 0.000 3	50.00	—
>0.7~1.4	0.100 0 \pm 0.000 3	50.00	25.00
>1.4~3	0.100 0 \pm 0.000 3	50.00	10.00
>3~5	0.100 0 \pm 0.000 3	50.00	5.00

12.2 空白试验

随同试料做空白试验。

12.3 测定

12.3.1 按表 3 称取试样,置于聚四氟乙烯坩埚中,加入 3 mL 氢氟酸(10.1)1 mL 硫酸(10.3),于中温电热板上加热分解,至硫酸刚冒烟时取下,稍冷,加 5 滴硝酸(10.2),以破坏有机物继续加热冒烟至湿盐状,取下,稍冷,小心加入少许水,温热溶解盐类,冷至室温后,用水移入 10~50 mL 比色管中(或容量瓶中),并稀释至刻度,摇匀、澄清。

12.3.2 在配有石墨炉的原子吸收分光光度计上,参照提供的仪器工作条件,调整仪器至最佳工作状态,测量吸光度,每个试料测定两次,求其平均值作为测量值。同时进行标准系列的测定。

12.4 工作曲线的绘制

移取 0、0.50、1.00、1.50 mL 镉标准溶液(10.6),分别置于一组聚四氟乙烯坩埚中,以下按分析步骤(12.3.1~12.3.2)进行测定。以镉量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

13 分析结果的计算

按下式计算镉的含量:

$$\text{Cd}(\mu\text{g/g}) = \frac{(m_1 - m_0) \times V}{m \times V_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的镉量, μg ;

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验(12.2)镉量, μg ;

V ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m ——试料, g。

14 精密度

表 4

含量范围, $\mu\text{g/g}$	重复性 r	再现性 R
0.168~3.03	$r = 0.021 1 + 0.231 9 m$	$R = -0.059 5 + 0.667 5 m$

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
镉的测定

GB/T 14353.4—93

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of cadmium

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中镉含量的测定方法。

本标准适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中镉含量的测定。第一篇测定范围:5~1 000 $\mu\text{g/g}$;第二篇测定范围:0.1~5 $\mu\text{g/g}$ 。

2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

第一篇 火焰原子吸收分光光度法

3 方法提要

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,于原子吸收分光光度计上,波长 228.8 nm 处,测量镉的吸光度。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ 1.4 g/mL)。

4.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

4.4 高氯酸(ρ 1.75 g/mL)。

4.5 王水(盐酸+硝酸=3+1 V+V)新鲜配制。

4.6 盐酸(1+1 V+V)。

4.7 硼酸溶液(6% m/V)。

4.8 镉标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属镉(99.99%),置入 250 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 20 mL 硝酸(1+1 V+V),微热溶解,冷至室温,用水洗去表皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镉。

4.9 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(4.8),置入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镉。

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计(带有塞曼效应或连续光谱灯背景校正器)。

5.2 镉单元空心阴极灯。

5.3 在仪器工作最佳条件下,凡达到下列指标的原子吸收分光光度计,均可使用。

精密密度: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%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)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 0.85。

6 分析步骤

6.1 试料 试样粒度应小于 0.097 mm,装入小瓶,在 80℃ 烘 2 h,置于干燥器中备用。

按表 1 称取试样。

表 1

镉量,μg/g	试料,g
5~100	1.000 0±0.001
>100~200	0.500 0±0.000 5
>200~500	0.200 0±0.000 3
>500~1 000	0.100 0±0.000 3

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 20 mL 盐酸(4.1),加盖表皿,于电热板上加热溶解 20 min,加入 5 mL 硝酸(4.2),继续加热溶解,待试料溶解完全后,用少量水洗去表皿,蒸发至干,加入 5 mL 盐酸(4.6),水少许,加盖表皿,加热溶解盐类,取下,用少量水洗去表皿,冷至室温后,用水移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。澄清后,按仪器工作条件测量镉的吸光度,同时进行标准系列的测定。

6.3.2 含硅高的试料

将试料(6.1)置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氟酸(4.3),加盖,放置过夜,移去盖子,加入 10 mL 王水(4.5),0.5 mL 高氯酸(4.4),加盖,在低温电热板上煮沸 30 min,用少量水洗去盖子,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(4.6),5 mL 硼酸溶液(4.7),温热溶解盐类,取下,冷至室温后,用水移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,澄清后,以下按分析步骤(6.3.1)进行测定。

6.4 工作曲线的绘制

移取 0、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 镉标准溶液(4.9),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.6)(若用氢氟酸、王水、高氯酸分解试料,还应补加 5 mL 硼酸溶液(4.7)),用水稀释至刻度,摇匀。然后,按仪器工作条件测量吸光度,以镉量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制镉的工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算镉的含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的镉量,μg;

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验(6.2)镉量,μg;

m ——试料,g。

8 精密密度

表 2

含量范围,μg/g	重复性 r	再现性 R
2.57~843	$r = 0.506 3 + 0.047 7 m$	$R = 0.857 7 + 0.116 6 m$

第二篇 石墨炉原子吸收分光光度法

9 方法提要

试料经氢氟酸-硫酸-硝酸分解,在 2% 的硫酸介质中,于石墨炉原子吸收分光光度计上,波长 228.8 nm 处,测量镉的吸光度。

10 试剂

10.1 氢氟酸($\rho 1.13 \text{ g/mL}$)。

10.2 硝酸($\rho 1.4 \text{ g/mL}$)。

10.3 硫酸(1+1 V+V)。

10.4 镉标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属镉(99.99%),置入 100 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 10 mL 硝酸(1+1 V+V),加热溶解,低温蒸干。冷却,用少量水洗去表皿,加 5 mL 盐酸($\rho 1.19$),赶硝酸,蒸干,重复一次。加 10 mL 盐酸($\rho 1.19$)溶解盐类,用水移入 500 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 镉。

10.5 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(10.4),置入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(2% V/V)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 镉。

10.6 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准溶液(10.5),置入 500 mL 容量瓶中,用盐酸(2% V/V)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.04 μg 镉。

11 仪器

11.1 配有石墨炉的原子吸收分光光度计(带有塞曼效应或连续光谱灯背景校正器)。

11.2 镉单元空心阴极灯。

12 分析步骤

12.1 试料

按表 3 称取试样: