

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法
萃取分离-吸附催化极谱法测定镉量

UDC 669.14/.15
: 543.06

Methods for chemical analysis
of iron, steel and alloy

GB 223.57—87

The extraction-adsorption catalytic polarographic
method for the determination of cadmium content

本标准适用于碳素钢、高、中、低合金钢及高温合金中镉量的测定。测定范围：0.00005%~0.010%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

在盐酸介质中，镉(Ⅱ)形成碘的络阴离子，经甲基异丁基酮(MIBK)萃取，再用硝酸反萃取，可与大量干扰元素定量分离。以盐酸-碘化钾-抗坏血酸-四丁基溴化铵为底液，于示波极谱(导数)峰电位为-0.70V处，测量镉的极谱峰高。镉的浓度在0.2~6.0 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ 范围内。波高与浓度成正比。结果稳定，放置48h峰高不变。抗干扰能力强，100mg铁(Ⅲ)、铝(Ⅲ)，10mg镍(Ⅱ)，5mg钴(Ⅱ)、铬(Ⅲ)、铜(Ⅱ)、砷(Ⅲ)、钙(Ⅱ)、镁(Ⅱ)、锰(Ⅱ)、锌(Ⅱ)，4mg铅(Ⅱ)，2mg钨(VI)，1mg钼(VI)、钽(Ⅴ)、0.5mg硒(VI)、铌(V)、钽(Ⅲ)、0.4mg铋(Ⅲ)，0.1mg铊(Ⅰ)、镓(Ⅲ)、铋(Ⅲ)、碲(Ⅳ)对2 μg 镉(Ⅱ)无干扰。超过以上限量时，用碘化钾-MIBK萃取分离。

2 试剂

- 2.1 盐酸(ρ 1.19g/ml)。
- 2.2 盐酸(1+3)。
- 2.3 硝酸(ρ 1.42g/ml)。
- 2.4 硝酸(1+1)。
- 2.5 甲酸(ρ 1.22g/ml)。
- 2.6 高氯酸(ρ 1.67g/ml)。
- 2.7 碘化钾溶液(33%)，用时现配。
- 2.8 碘化钾溶液(20%)，用时现配。
- 2.9 抗坏血酸溶液(18%)，用时现配。
- 2.10 抗坏血酸溶液(10%)，用时现配。
- 2.11 尿素溶液(20%)。
- 2.12 硫脲溶液(10%)。
- 2.13 EDTA溶液(0.1mol/l)。
- 2.14 四丁基溴化铵溶液(1%)。
- 2.15 甲基异丁基酮(MIBK)。

2.16 萃取洗涤液:于100ml盐酸(3+17)中使之含3.5g碘化钾及10%抗坏血酸,用时现配。

2.17 镉标准溶液

2.17.1 称取0.0507g氯化镉($\text{CdCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)(光谱纯),置于200ml烧杯中,加25ml盐酸(1+1)溶解,移入250ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含100 μg 镉。

2.17.2 移取10.00ml镉标准溶液(2.17.1),置于100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含10 μg 镉。

3 仪器

3.1 示波极谱仪,三电极系统,滴汞电极为工作电极,饱和甘汞电极为参比电极。

4 分析步骤

4.1 试样量

按表1称取试样。

表1

镉量, %	试样量, g
0.00005~0.0005	1.0000
>0.0005~0.0010	0.5000
>0.0010~0.0060	0.2000
>0.0060~0.0100	0.1000

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于100ml烧杯中,加入15ml盐酸(2.1),缓缓加热溶解试样,待大部分溶解后,加入2ml硝酸(2.3),使其全部溶解。滴加甲酸(2.5)至不再释放出氮的氧化物为止。蒸发至近干,加入8ml盐酸(2.1),溶解盐类,低温蒸发至干。再次加入12ml盐酸(2.1),溶解盐类。溶液冷却后移入50ml容量瓶内,用水稀释至刻度,混匀,用慢速滤纸过滤到干烧杯中。

4.3.2 移取滤液25.00ml,置于125ml分液漏斗中,加入2ml尿素溶液(2.11),摇匀,放置5min,再加入5ml抗坏血酸溶液(2.9)、4ml硫脲溶液(2.12)、5ml碘化钾溶液(2.7),用水稀释至50ml,摇匀后加入10mlMIBK(2.15),振荡1min,静止分层后,弃去水层,加入10ml洗涤液(2.16),摇洗15s,分层后再弃去水层,加入10ml硝酸(2.4),振荡30s,使有机层中碘化物的红棕色变为浅绿色,静置后收集水层于50ml烧杯中,再以5ml硝酸(2.4)洗涤有机层,合并两次水层于烧杯中,加入1ml高氯酸(2.6),蒸干,加2ml盐酸(2.1),再蒸干,加入5滴盐酸(2.1)及少量水溶解盐类。

注:抗坏血酸(2.9)的加入量视体系中铁(Ⅱ)的多少可适当增减。

4.3.3 于上述溶液中,依次加入4ml盐酸(2.2)、2ml抗坏血酸溶液(2.10)、0.5ml四丁基溴化铵溶液(2.14)、2ml碘化钾溶液(2.8)、4mlEDTA溶液(2.13),将试液移入25ml容量瓶中,稀释至刻度,混匀。以-0.5V为起始电位,进行导数示波极谱测定,峰电位为-0.70V(对饱和甘汞电极)。在峰电位处测量峰电流高度。

注:EDTA的加入是为消除大量铜的干扰,如无铜存在时,可不使用。

4.3.4 减去随同试样空白的电流高度。从工作曲线上查出相应的镉量。

4.4 工作曲线的绘制

用微量移液管移取0.00,0.02,0.05,0.10,0.20,0.30,0.50,0.60ml镉标准溶液(2.17.2),分别置于8个50ml烧杯中,加2ml盐酸(2.1),蒸干,加5滴盐酸(2.1)及少量水溶解,以下按4.3.3条进行。减

去试剂空白的电流高度。以镉量为横坐标,峰高(h)与倍率(s)的乘积($h \times s$)值为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算镉的百分含量:

$$\text{Cd}(\%) = \frac{m_1 \times 2}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的镉量, g;

m_0 ——试样量, g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。用标准试样校验时,分析结果与标准试样的标准值之差,应不大于表 2 所列允许差的二分之一。

表 2

%

镉 量	允 许 差
0.00005~0.00010	0.00005
>0.00010~0.00025	0.00007
>0.00025~0.00050	0.00010
>0.0005~0.00075	0.00015
>0.00075~0.00100	0.00020
>0.0010~0.0025	0.0003
>0.0025~0.0050	0.0005
>0.0050~0.0075	0.0010
>0.0075~0.0100	0.0020

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人康乐、张月霞。

本标准水平等级标记 GB 223.57-87 I