

中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.22—1996

铜及铜合金化学分析方法 镉量的测定

Copper and copper alloys—Determination of cadmium content

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中镉含量的测定方法。

本标准适用于铜及铜合金中镉含量的测定。测定范围:0.50%~1.50%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728—87 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法提要

试料用硝酸溶解,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,测量镉的吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(1+1)。

4.2 铜溶液(1 600 $\mu\text{g/mL}$):称取 0.400 0 g 不含镉的电解铜于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(4.1),加热至溶解完全,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3 镉标准溶液:称取 0.100 0 g 纯镉,置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+3),加热至完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 镉。

5 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。

灵敏度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,镉的特征浓度应不大于 0.034 $\mu\text{g/mL}$ 。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差不超过平均吸光度的 1.0%;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。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)

国家技术监督局 1996-11-04 批准

1997-04-01 实施

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.400 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

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 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸盖上表皿,低温加热至完全溶解,煮沸,除去氮的氧化物,冷却。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 移取 10.00 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸用水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零,测量试液的吸光度,减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的镉浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 mL 镉标准液于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 铜溶液,5 mL 硝酸用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 在与试料溶液测定相同条件下测量标准溶液的吸光度,减去标准系列中“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。

7 分析结果的表述

按式(1)计算镉的百分含量:

$$\text{Cd}(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——自工作曲线上查得的镉浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_2 ——分取试液稀释后的体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至两位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于 0.05%。

附 录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 WFX-1D 型原子吸收光谱仪测定镉量的工作条件如表 A1。

表 A1

波 长 nm	灯 电 流 mA	光 谱 通 带 nm	观 测 高 度 mm	空 气 流 量 L/min	乙 炔 流 量 L/min
228.8	3	0.2	15	7.2	1.7