

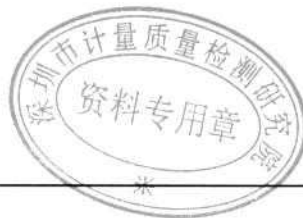
# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.6—2008  
代替 GB/T 6987.25—2001

## 铝及铝合金化学分析方法 第6部分：镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—  
Part 6: Determination of cadmium content—  
Flame atomic absorption spectrometric method

2008-03-31 发布



2008-09-01 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



## 前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对 GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号 GB/T 6987 改为 GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- 第 1 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法
- 第 2 部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 3 部分:铜含量的测定
- 第 4 部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- 第 5 部分:硅含量的测定
- 第 6 部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 8 部分:锌含量的测定
- 第 9 部分:锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:锡含量的测定
- 第 11 部分:铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:钛含量的测定
- 第 13 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胺分光光度法
- 第 14 部分:镍含量的测定
- 第 15 部分:硼含量的测定
- 第 16 部分:镁含量的测定
- 第 17 部分:锶含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 18 部分:铬含量的测定
- 第 19 部分:钴含量的测定
- 第 20 部分:镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法
- 第 21 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 22 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法
- 第 23 部分:铈含量的测定 碘化钾分光光度法
- 第 24 部分:稀土总含量的测定
- 第 25 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为第 6 部分。对应于 ASTM E34—2002《铝及铝合金化学分析方法》中镉含量测定的部分,一致性程度为修改采用。

本部分代替 GB/T 6987.25—2001《铝及铝合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镉量》。

本部分与 GB/T 6987.25—2001 相比主要变化如下:

- 增加了“8.1 重复性”条款;
- 增加了“9 质量保证与控制”条款。

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。

本部分由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

GB/T 20975.6—2008

本部分起草单位:北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人:刘英、臧慕文、张英新、席欢、葛立新、范顺科。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6987.25—2001。



# 铝及铝合金化学分析方法

## 第6部分:镉含量的测定

### 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本部分规定了铝及铝合金中镉含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中镉含量的测定。测定范围:0.01%~1.00%。

#### 2 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解,于火焰原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,以空气-乙炔贫燃火焰进行镉量的测定。

#### 3 试剂

3.1 铝( $\geq 99.99\%$ ,不含镉)。

3.2 过氧化氢( $\rho 1.10$  g/mL)。

3.3 氢氟酸( $\rho 1.14$  g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 铝溶液(20 mg/mL):称取 20.00 g 经酸洗的铝(3.1)置于烧杯中,盖上表面皿,分次加入总量为 200 mL 盐酸(3.4),待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,将溶液蒸发至约 100 mL,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.8 镉标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 镉( $\geq 99.99\%$ ),置于烧杯中,盖上表面皿,加入 10 mL 的盐酸(3.4),缓慢加热至完全溶解,煮沸数分钟,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

3.9 镉标准溶液:移取 50.00 mL 镉标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镉。

#### 4 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,凡能达到下列指示者均可使用:

——灵敏度:在与测量试料溶液的基体一致的溶液中,镉的特征浓度应不大于 0.028  $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零浓度溶液)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 0.7。

#### 5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。



6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

称取与试料相同量的铝(3.1)代替试料(6.1),随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(3.4),待剧烈反应停止后,加入 10 滴过氧化氢(3.2),缓慢加热至试料完全溶解,煮沸至过氧化氢完全分解,冷却。

6.4.2 如有不溶物,过滤,洗涤。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化。于 550℃ 灼烧,冷却。加入 2 mL 硫酸(3.6),5 mL 氢氟酸(3.3),并逐滴加入硝酸(3.5)至溶液清亮。加热蒸发至干,于 700℃ 灼烧 10 min,冷却,用 1 mL 盐酸(3.4)溶解残渣(必要时过滤),将此溶液合并于主滤液中。

6.4.3 根据试料中镉量按表 1 处理后,于原子吸收光谱仪 228.8 nm 处,以空气-乙炔贫燃火焰测定。

表 1

镉质量分数/%	试液总体积 V <sub>0</sub> /mL	分取体积 V <sub>1</sub> /mL	稀释体积 V <sub>2</sub> /mL	补加盐酸(3.2)量 V/mL
0.01~0.05	100	—	—	—
>0.05~0.2	200	—	—	15
>0.2~1.0	250	25	100	13.5

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 系列标准溶液的制备

6.5.1.1 适用于质量分数 0.010%~0.05% 镉量

移取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 镉标准溶液(3.9),分别置于 100 mL 容量瓶中,各加入 25 mL 铝溶液(3.7)和 15 mL 盐酸(3.4)用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.1.2 适用于质量分数 >0.05%~0.2% 镉量

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 镉标准溶液(3.9),分别置于 100 mL 容量瓶中,各加入 12.50 mL 铝溶液(3.7)和 15 mL 盐酸(3.4)用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.1.3 适用于质量分数 >0.2%~1.0% 镉量

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 镉标准溶液(3.9),分别置于 100 mL 容量瓶中,各加入 2.50 mL 铝溶液(3.7)和 15 mL 盐酸(3.4)用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2 测量

将溶液(6.5.1.1)、(6.5.1.2)和(6.5.1.3)置于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,用空气-乙炔贫燃火焰,以水调零,测量试液和补偿溶液(不加镉标准溶液者)的吸光度。以镉量为横坐标,以对应的吸光度(减去补偿溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算镉的质量分数  $w(\text{Cd})(\%)$ :

$$w(\text{Cd}) = \frac{(\rho_2 - \rho_1) \times V_0 \times V_2}{V_1 \times m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho_2$ ——自工作曲线上查得的试样溶液的镉量,单位为克每毫升(g/mL);

$\rho_1$ ——自工作曲线上查得随同试样所做的空白试验溶液的镉量,单位为克每毫升(g/mL);

$m_0$ ——试料量,单位为克(g);

$V_0$ ——试液定容体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——试液分取体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——稀释体积,单位为毫升(mL)。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%,重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得。

镉的质量分数/%: 0.010      0.097      1.01

重复性限  $r$ /%:      0.002      0.009      0.05

### 8.2 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。

表 2

镉质量分数/%	允许差/%
0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.005
>0.050~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.25~0.50	0.02
>0.50~1.00	0.05

## 9 质量控制与保证

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。