



中华人民共和国国家标准

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

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

前 言

GB/T 3253《锑及三氧化二锑化学分析方法》共有 11 个部分：

- GB/T 3253.1—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法；
- GB/T 3253.2—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- GB/T 3253.3—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.4—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 锑中硫量的测定 燃烧中和法；
- GB/T 3253.5—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.6—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.7—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.8—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定 碘量法；
- 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；
- GB/T 3253.10—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.11—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 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：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

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。

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

1 范围

GB/T 3253 的本部分规定了锑及三氧化二锑中镉量的测定方法。

本部分适用于锑及三氧化二锑中镉量的测定。测定范围:0.000 1%~0.010 0%。

2 方法提要

试料用王水溶解(三氧化二锑试料用氢溴酸溶解),用盐酸-氢溴酸挥锑,盐酸溶解残渣,在盐酸介质中于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处测定镉的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

3.4 王水。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 镉标准贮存溶液

3.6.1 镉贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯镉(质量分数 \geq 99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.5),加热到完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含镉量为 100 μ g/mL。

3.6.2 镉标准溶液:移取 10 mL 镉贮存液(3.6.1)于 100 mL 容量瓶中加入 5 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液含镉量为 10 μ g/mL。

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,凡能达到下列指标者均可使用。

——灵敏度:在与测量基本相一致的溶液中,镉的特征浓度不应大于 0.014 μ g/mL;

——精密度:用最高浓度标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.00%,用最低浓度(不是零浓度)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 0.50%;

——工作曲线线性:将工作曲线等分成五段,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 0.8。

原子吸收光谱仪的参考工作条件:

——波长 228.8 nm;

——灯电流 2.0 mA;

——贫燃火焰。