



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.3—2004
代替 GB/T 12689.12—1990

锌及锌合金化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys
—The determination of cadmium content
—The flame atomic absorption spectrometric method

2004-04-30 发布

2004-10-01 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

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 3 部分。

本部分是对 GB/T 12689.12—1990《锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镉量》的修订。

本部分与 GB/T 12689.12—1990 相比,主要有如下变动:

——对文本格式进行了修改,补充了精密度、质量保证和控制条款;

——测定范围由 0.001%~0.5%修改为 0.000 5%~0.500%。

本部分代替 GB/T 12689.12—1990。

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。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分由葫芦岛有色集团公司起草。

本部分由水口山有色金属公司、白银公司西北铅锌冶炼厂、株洲冶炼集团公司参加起草。

本部分主要起草人:李遵义、代瑶、李合庆。

本部分主要验证人:谭平生、陶明、徐瑛。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 473—1976;

——GB/T 12689.12—1990。

锌及锌合金化学分析方法

镉量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中镉含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中镉含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.500%。

2 方法原理

试料用硝酸分解,在稀硝酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,用空气-乙炔火焰测量镉的吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1)。

3.2.2 锌基体溶液(200 g/L):称取 50 g 基体锌(锌 \geq 99.995%,镉 $<$ 0.000 2%),溶于最少量的硝酸(1+1)中,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.3 标准溶液

3.3.1 镉标准贮存溶液:称取 0.250 0 g 金属镉(\geq 99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2.1),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,加硝酸 50 mL(3.1)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 250 μ g 镉。

3.3.2 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.2.1)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 μ g 镉。

3.3.3 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(3.3.1)于 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.1)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 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,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,镉的特征浓度应不大于 0.043 μ 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 0.7。

——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;