



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.10—2013
代替 GB/T 3260.11—2000

锡化学分析方法 第 10 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin—
Part 10: Determination of cadmium content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2013-12-17 发布

2014-09-01 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 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法；
- 第 7 部分：铝量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 3260.11—2000《锡化学分析方法 镉量的测定》的修订，本部分与 GB/T 3260.11—2000 相比，主要技术内容变化如下：

- 镉的质量分数为 0.000 01%~0.000 10% 的试样增加称样量至 5.0 g；
- 测定上限由 0.001 0% 扩大到 0.002 0%；
- 对文本格式进行了修改；
- 增加了重复性和再现性内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分起草单位：云南锡业集团有限责任公司、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位：广西华锡集团股份有限公司、个旧冶金研究院、天津出入境检验检疫局、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：苏爱萍、石如祥、李岩、董秀文、罗钧、林文霜、苏林建、武莲芬、姜求韬、冯先进、安鹏升、王兆瑞、陈树莲、王骏峰、张丽梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3260.11—2000。

锡化学分析方法

第 10 部分: 镉量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 3260 的本部分规定了锡中镉量的火焰原子吸收光谱测定方法。
本部分适用于锡中镉量的测定。测定范围为 0.000 01%~0.002 0%。

2 方法提要

试样在少量硫酸存在下用稀盐酸、硝酸溶解后,以盐酸-氢溴酸排除锡,在盐酸-硝酸混合酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光谱仪波长 228.80 nm 处,测量镉的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

3.5 盐酸-氢溴酸混合酸:盐酸+氢溴酸(1+1)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 盐酸-硝酸混合酸:盐酸+硝酸(3+1),现用现配。

3.8 镉标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属镉($w_{\text{Cd}} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 水、8 mL 硝酸(3.2),盖上表皿,微热至完全溶解,用水洗涤表皿及杯壁,冷却。移入 500 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.2),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 5.00 mL 镉标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 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 0.006 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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:将标准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