



中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.22—2008
代替 GB/T 5121.22—1996
部分代替 GB/T 13293.3—1991

铜及铜合金化学分析方法 第 22 部分：镉含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—
Part 22: Determination of cadmium content

(ISO 5960:1984, Copper alloys—Determination of cadmium content—
Flame atomic absorption spectrometric method, MOD)

2008-06-17 发布

2008-12-01 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 5121《铜及铜合金化学分析方法》共有 27 部分。

- 第 1 部分:铜含量的测定;
- 第 2 部分:磷含量的测定;
- 第 3 部分:铅含量的测定;
- 第 4 部分:碳、硫含量的测定;
- 第 5 部分:镍含量的测定;
- 第 6 部分:铋含量的测定;
- 第 7 部分:砷含量的测定;
- 第 8 部分:氧含量的测定;
- 第 9 部分:铁含量的测定;
- 第 10 部分:锡含量的测定;
- 第 11 部分:锌含量的测定;
- 第 12 部分:铈含量的测定;
- 第 13 部分:铝含量的测定;
- 第 14 部分:锰含量的测定;
- 第 15 部分:钴含量的测定;
- 第 16 部分:铬含量的测定;
- 第 17 部分:铍含量的测定;
- 第 18 部分:镁含量的测定;
- 第 19 部分:银含量的测定;
- 第 20 部分:锆含量的测定;
- 第 21 部分:钛含量的测定;
- 第 22 部分:镉含量的测定;
- 第 23 部分:硅含量的测定;
- 第 24 部分:硒、碲含量的测定;
- 第 25 部分:硼含量的测定;
- 第 26 部分:汞含量的测定;
- 第 27 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 22 部分。

本部分包括方法一、方法二。

本部分方法二修改采用 ISO 5960:1984《铜合金-镉量的测定-火焰原子吸收光度法》,在主要技术内容上与 ISO 5960:1984 相同,编写结构不完全对应,具体技术性差异见附录 A、附录 B。

本部分代替 GB/T 5121.22—1996《铜及铜合金化学分析方法 镉量的测定 火焰-原子吸收光谱法》和 GB/T 13293.3—1991《高纯阴极铜化学分析方法 塞曼效应电热原子吸收光谱法测定铬、锰、镉量》。

本部分与 GB/T 5121.22—1996、GB/T 13293.3—1991 相比,主要变动如下:

- 方法一是对 GB/T 13293.3—1991 的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;
- 方法二是对 GB/T 5121.22—1996 的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款。

本部分附录 A、附录 B 为资料性附录。

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。

本部分由中铝洛阳铜业有限公司、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法一由北京矿冶研究总院起草。

本部分方法一由江西铜业集团有限公司、金川集团有限公司参加起草。

本部分方法一主要起草人：冯先进、李华昌、冯渝清、高介平、杨素芝。

本部分方法一主要验证人：占光仙、沈广鑫、吕庆成、张继红。

本部分方法二由中铝洛阳铜业有限公司起草。

本部分方法二由北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院参加起草。

本部分方法二主要起草人：王焱、张辉、邓宛梅。

本部分方法二主要验证人：张英新、汤淑芳、张丽、于力。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5121.22—1996、GB/T 13293.3—1991。

铜及铜合金化学分析方法

第 22 部分: 镉含量的测定

1 方法一 塞曼效应电热原子吸收光谱法

1.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中镉含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中镉含量的测定。测定范围: 0.000 05%~0.001 0%。

1.2 方法原理

试料用硝酸溶解, 将一定体积的试液注入电热原子化器中, 用塞曼效应原子吸收光谱仪在 228.8 nm 波长处测量镉的吸光度, 按工作曲线法计算镉的质量分数。

1.3 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。实验所用器皿均用硝酸(1.3.3)浸泡 12 h 后, 用水彻底清洗。

1.3.1 纯铜(铜的质量分数 $\geq 99.99\%$, 镉的质量分数 $< 0.000 05\%$)。

1.3.2 硝酸(1+1)BVIII。

1.3.3 硝酸(1+19)。

1.3.4 铜基体溶液(100 g/L): 称取 20.00 g 金属铜(铜的质量分数 $\geq 99.99\%$, 镉的质量分数 $< 0.000 05\%$)置于 400 mL 烧杯中, 分次加入 160 mL 硝酸(1.3.2), 冷溶。待激烈反应停止后, 低温加热至完全溶解, 煮沸驱除氮的氧化物, 冷却至室温。移入 200 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

1.3.5 镉标准贮存溶液: 称取 0.250 0 g 金属镉(镉的质量分数 $\geq 99.95\%$)置于 150 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸(1.3.2), 盖上表皿, 低温加热至完全溶解, 冷却至室温。移入 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 镉。

1.3.6 镉标准溶液 A: 移取 5.00 mL 镉标准贮存溶液(1.3.5)于 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 镉。

1.3.7 镉标准溶液 B: 移取 10.00 mL 镉标准溶液 A(1.3.6)于 250 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 μg 镉。

1.4 仪器

1.4.1 石墨炉原子吸收光谱仪: 配备电热原子化器、微量取样器或自动进样器, 镉空心阴极灯及塞曼效应背景校正装置。

1.4.2 所用石墨炉原子吸收光谱仪应达到下列指标:

——最低灵敏度: 工作曲线中所用等差系列标准溶液中浓度最大者, 其吸光度应不低于 0.300。

——工作曲线的相关系数不低于 0.995。

——精密度最低要求: 用最高浓度的标准溶液, 测量 10 次吸光度, 计算其平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.5%。用最低浓度的标准溶液(不是浓度为零的标准溶液), 测量 10 次吸光度, 计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准溶液吸光度平均值的 0.5%。

1.5 试样

试样加工成屑状。