

# 中华人民共和国国家标准

## 锆及锆合金化学分析方法 示波极谱法测定镉量

GB/T 13747.17—92

Zirconium and zirconium alloys—Determination  
of cadmium content—Oscillopolarographic method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中镉含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中镉含量的测定。测定范围:0.000 02%~0.000 5%。

### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

### 3 方法原理

试料以氢氟酸溶解,用柠檬酸铵掩蔽锆,在 pH9~10 的氨性介质中,用双硫脲-三氯甲烷萃取分离镉,在稀盐酸底液中用示波极谱仪测量镉的阴极化二次导数波高。

铅含量大于 0.005% 时,对镉的测定产生干扰。在标准系列溶液中加入与试料溶液等同浓度的铅量以消除干扰。

### 4 试剂

4.1 氢氟酸( $\rho$ 1.15g/mL),优级纯。

4.2 硝酸( $\rho$ 1.42g/mL),优级纯。

4.3 高氯酸( $\rho$ 1.68g/mL),优级纯。

4.4 氨水( $\rho$ 0.9g/mL):液氨经蒸馏水吸收提纯。

4.5 盐酸[ $c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$ ],优级纯。

4.6 柠檬酸三铵溶液(300g/L):称取 150g 柠檬酸三铵溶于约 300mL 水中,加入 100mL 硼酸(优级纯)饱和溶液,以水稀释至 500mL 体积,混匀。

4.7 双硫脲-三氯甲烷萃取剂(0.5g/L):称取 2.5g 双硫脲溶于约 400mL 三氯甲烷中,移入 1000mL 分液漏斗中。加入 200mL 氨水(1+9),振荡 3min。静置分层,有机相放入另一个分液漏斗中,水相放入 500mL 烧杯中保留。有机相中再加入 200mL 氨水(1+9)提取一次,弃去有机相。合并水相,用脱脂棉滤去不溶物。滴加盐酸使水相酸化,双硫脲沉淀完全后移入分液漏斗中。分二次共加入 500mL 三氯甲烷振荡提取,使双硫脲溶于有机相。合并有机相,用 500mL 水振荡洗涤一次,有机相于棕色瓶中密封保存。此有机相 1L 含 5g 双硫脲,用时以三氯甲烷稀释配制。

4.8 柠檬酸铵-氨水洗涤液:每 100mL 溶液中含有 3g 柠檬酸三铵、1mL 氨水(4.4)。

4.9 镉标准贮存溶液:称取 0.100 0g 金属镉(>99.9%)加热溶于 20mL 盐酸(1+1)中,冷却后移入

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施

## GB/T 13747.17-92

1 000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu$ g 镉。

4.10 镉标准溶液:移取 10.0mL 镉标准贮存溶液(4.9)于 1 000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 1 $\mu$ g 镉。

4.11 铅标准溶液:称取 0.100 0g 金属铅(>99.99%),于 20mL 硝酸(1+2)中,加热溶解,冷却后移入 1 000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu$ g 铅。

4.12 氮气(99.99%)。

## 5 仪器

示波极谱仪。附滴汞电极、汞池阳极或三电极体系。

仪器的检测下限对镉(I)不大于  $1 \times 10^{-7}$  mol/L,分辨率不大于 35mV。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.5000g 试样,精确至 0.0001g。

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于铂皿中,加入 10~15mL 水,分次滴加约 2mL 氢氟酸(4.1)溶解试料。滴加 2~3 滴硝酸(4.2)加热至完全溶解。冷却后,加入 7mL 柠檬酸三铵溶液(4.6),用水稀释至约 40mL 体积,用氨水(4.4)调节 pH9~10。

6.3.2 将溶液移入 100mL 分液漏斗中,加入 10mL 双硫脲-三氯甲烷萃取剂(4.7),振荡 3min。静置分层后将有机相放入另一个分液漏斗中,于水相中加入 10mL 双硫脲-三氯甲烷萃取剂(4.7),重复萃取一次(如果试料含杂质量较高,需重复萃取操作直到萃取后有机相绿色保持不变为止)。合并有机相,弃去水相。

6.3.3 加入相当于有机相体积 1.5 倍的柠檬酸三铵-氨水洗涤液(4.8),振荡洗涤 1min。静置分层后有机相放入干燥的 50mL 烧杯中。

6.3.4 将有机相低温蒸干。加入 6mL 高氯酸(4.3),加热冒烟至干。冷却后加入 2.00mL 盐酸(4.5)溶解盐类(如溶液混浊可置于 50~60 $^{\circ}$ C 水浴中放置 1min,使溶液澄清。),混匀。

6.3.5 将溶液倒入预先加汞的电解池中,通氮气(4.12)5min。使用示波极谱仪,阴极化扫描,起始电位 -0.40V,以适当的电流倍率测量镉的二次导数波高。

6.3.6 减去空白试验溶液的波高,从工作曲线上查得相应的镉量。

### 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40, 0.50mL 和 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50mL 镉标准溶液(4.10),分别置于二组 50mL 烧杯中,低温加热蒸干。各加入 2mL 高氯酸(4.3)加热冒烟至干。冷却后加入 2.00mL 盐酸(4.5)溶解盐类,混匀。以下按 6.3.5 条进行。

试料含铅量大于 0.005%时,需在标准系列溶液中各加入与试料含铅量相应的铅标准溶液(4.11)。

6.4.2 减去试剂空白的波高,以镉量为横坐标,波高为纵坐标,分别绘制适用于镉含量为 0.000 02%~0.000 1%和镉含量为 >0.000 1%~0.000 5%的二条工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

按下式计算镉的百分含量:

$$\text{Cd}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

GB/T 13747.17-92

式中： $m_1$ ——从工作曲线上查得的镉量， $\mu\text{g}$ ；

$m_0$ ——试料的质量，g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
镉 含 量	允 许 差	
0.000 02~0.000 10	0.000 02	
0.000 10~0.000 50	0.000 05	

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人王彦君。