

## 前 言

本标准是对 GB/T 915—1995《铋》附录 C、附录 G 的修订。修订时将附录 C 火焰原子吸收法测定银量改为电热原子吸收法,并将镉、银两元素测定方法合并。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 915—1995《铋》附录 C、附录 G。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人:朱丽娟、张东风。

# 中华人民共和国国家标准

## 铋化学分析方法 电热原子吸收光谱法测定银、镉量

GB/T 8220.13—1998

Methods for chemical analysis of bismuth  
—Determination of silver and cadmium content—  
Electrothermal atomic absorption spectrometric method

### 1 范围

本标准规定了铋中银、镉量的测定方法。

本标准适用于铋中银、镉量的测定。测定范围：Ag：0.000 4%~0.002 0%；Cd：0.000 05%~0.000 2%。

### 2 方法提要

试料以硝酸溶解，将适量溶液引入电热原子化器中，分别于原子吸收光谱仪波长328.1 nm、228.8 nm处测量银、镉的吸光度，用基体加入法绘制工作曲线，求得试料中银、镉的含量。

### 3 试剂

制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水，实验所用器皿均用稀硝酸浸泡后，用二次蒸馏水彻底清洗。

3.1 硝酸(1+1)，优级纯。

3.2 硝酸(2+98)，优级纯。

3.3 银标准贮存溶液：称取1.000 0 g 金属银( $\geq 99.99\%$ )于100 mL烧杯中，加入20 mL硝酸(3.1)，盖上表皿，低温加热溶解完全，取下，冷却，将溶液移入1 000 mL棕色容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg银。

3.4 银标准溶液：移取1.00 mL银标准贮存溶液(3.3)于100 mL棕色容量瓶中，以硝酸(3.2)稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10  $\mu\text{g}$ 银。

3.5 镉标准贮存溶液：称取1.000 0 g 金属镉( $\geq 99.99\%$ )于100 mL烧杯中，加入20 mL硝酸(3.1)，盖上表皿，低温加热溶解完全，取下，冷却，将溶液移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg镉。

3.6 镉标准溶液：移取1.00 mL镉标准贮存溶液(3.5)于100 mL容量瓶中，以硝酸(3.2)稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10  $\mu\text{g}$ 镉。

3.7 银、镉混合标准溶液：分别移取10.00 mL银标准溶液(3.4)和1.00 mL镉标准溶液(3.6)，置于100 mL容量瓶中，以硝酸(3.2)稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含1  $\mu\text{g}$ 银和0.1  $\mu\text{g}$ 镉。

3.8 铋溶液(100 mg/mL)：称取10.00 g高纯铋( $\geq 99.999\%$ )，于250 mL高型烧杯中，加40 mL硝酸(3.1)低温加热至完全溶解，取下，冷却，移入100 mL容量瓶中，用5 mL硝酸(3.1)冲洗烧杯，并入容量瓶中，以硝酸(3.2)稀释至刻度，混匀。

## 4 仪器

石墨炉原子吸收光谱仪(带扣背景装置),附自动进样器及银、镉空心阴极灯。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

## 5 分析步骤

### 5.1 试料

称取 0.500 0 g 试样。

### 5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 25 mL 烧杯中,加入 4.0 mL 硝酸(3.1),盖上表皿,低温加热至完全溶解,取下,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,以硝酸(3.2)稀释至刻度,混匀。

5.3.2 分取 1.00 mL 试液于 10 mL 容量瓶中,用硝酸(3.2)稀释至刻度,混匀。

5.3.3 按附录 A 调整仪器参数至最佳状态,并按所选择的条件调整电热原子化器。用选定的加热程序空烧石墨管两次。

5.3.4 将试液注入原子化器中,按原子化程序原子化。分别于波长 328.1 nm、228.8 nm 处测量银和镉的吸光度,每份试液测定两次,取其平均值,减去试料空白溶液吸光度的平均值,在工作曲线上查出相应的银、镉浓度。

### 5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 分别移取 0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL 银、镉混合标准溶液(3.7)于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.5 mL 铋溶液(3.8),用硝酸(3.2)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与试料测定相同的条件下,测量标准溶液的吸光度,每份溶液测定两次,取其平均值,减去标准系列中“零”浓度溶液吸光度的平均值,分别以银、镉浓度为横坐标,吸光度平均值为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算与表述

按下式计算银、镉的百分含量:

$$X(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_1 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100$$

式中: $c$ ——自工作曲线上查出待测元素的浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V_0$ ——试液总体积, mL;

$V_1$ ——测定溶液的体积, mL;

$V_2$ ——分取试液的体积, mL;

$m$ ——试料的质量, g。

分析结果应保留 2 位有效数字。

## 7 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。

%

	含 量	允 许 差
银	0.000 4~0.001 0	0.000 2
	>0.001 0~0.002 0	0.000 3
镉	0.000 05~0.000 12	0.000 03
	>0.000 12~0.000 20	0.000 05

附 录 A  
(提示的附录)  
仪器工作条件

P-E3030B 型原子吸收光谱仪、HGA-600 型石墨炉原子化器测定的参考工作条件,见表 A1:

表 A1

元 素		银			镉		
波长, nm		328.1			228.8		
狭缝, nm		0.7			0.7		
灯电流, mA		8			9		
石墨管(P-E)		热解涂层加平台			热解涂层加平台		
进样量, $\mu\text{L}$		20			20		
原子化程序	步序	温度 ℃	时间, s		温度 ℃	时间, s	
			斜坡升温	保持		斜坡升温	保持
干燥	1	120	5	25	120	5	25
灰化	2	600	5	25	500	5	25
原子化	3	1 900	0	5	1 300	0	5
净化	4	2 400	2	2	2 400	2	2
冷却	5	30	3	3	30	3	3