

GB/T 4372.4—2001

前 言

本标准是对 GB/T 4372.2—1984《氧化锌(直接法)化学分析方法 磷酸底液极谱法测定氧化铅与氧化镉量》的修订。修订的主要内容是采用原子吸收光谱法测定氧化镉量。

本标准的编写遵循：

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 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 4372.2—1984。

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协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由水口山矿务局负责起草。

本标准主要起草人:匡海燕、姚晓红、毛艳玲、谭平生。

本标准委托全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

直接法氧化锌化学分析方法 原子吸收光谱法测定氧化镉量

GB/T 4372.4—2001

Methods for chemical analysis of zinc
oxide produced by direct process

代替 GB/T 4372.2—1984

—Determination of cadmium oxide content

—Atomic absorption spectrometry method

1 范围

本标准规定了直接法氧化锌中氧化镉含量的测定方法。

本标准适用于直接法氧化锌中氧化镉含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.30%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,在稀硝酸(5+95)介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处测量镉的吸光度,以标准曲线法计算氧化镉的含量。

3 试剂

3.1 硝酸(1+1)。

3.2 镉标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯镉(99.99%)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.1),微热溶解,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.10 mg 镉。

3.3 镉标准溶液:移称取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(3.2)于 100 mL 容量瓶中,加 5 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。

灵敏度:在与测量样品溶液基体相一致的溶液中,镉的特征浓度应不大于 0.03 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(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差都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。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-07-10 批准

2001-12-01 实施

GB/T 4372.4—2001

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

氧化镉的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL
0.002 0~0.010	0.500 0	全量
>0.010~0.025	0.200 0	全量
>0.025~0.100	0.200 0	10.0
>0.100~0.300	0.200 0	5.0

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 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.1),盖上表皿,置于电热板上微热溶解,溶解完全后,取下冷却,用水吹洗表皿及杯壁,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 1 分取试液移入 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 使用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,以水调零,测量试液吸光度。所测吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的镉浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 镉标准溶液(3.3),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与测定试料溶液相同条件下,测量系列标准溶液吸光度。以镉浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算氧化镉的质量分数:

$$w(\text{CdO}) = \frac{c \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-6} \times 1.142 3}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: $w(\text{CdO})$ ——氧化镉的质量分数, %;

c ——自工作曲线上查得的镉浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V_0 ——试料溶液的总体积, mL;

V_1 ——分取试液的体积, mL;

V_2 ——分取试液稀释后的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

1.142 3——镉换算成氧化镉的系数。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

氧化镉的质量分数	允许差
0.002 0~0.008 0	0.000 6
>0.008 0~0.025	0.001 6
>0.025~0.060	0.003
>0.060~0.100	0.006
>0.100~0.300	0.010

附 录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 GGX-5 型原子吸收光谱仪的参考工作条件如表 A1:

表 A1

波长, nm	灯电流, mA	单色器通带, nm	空气流量, L/min	乙炔流量, L/min
228.8	3	0.4	5.0	1.3