

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.5—20XX

钪化学分析方法 第5部分：镉量的测定

Methods for chemical analysis of hafnium—
Part 5: Determination of cadmium content

（征求意见稿）

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T ××××《钎化学分析方法》拟分为如下部分：

- 第1部分：铅量的测定；
- 第2部分：铀量的测定；
- 第3部分：硼量的测定；
- 第4部分：氯量的测定；
- 第5部分：镉量的测定；
- 第6部分：磷量的测定；
- 第7部分：硅量的测定；
- 第8部分：钠量的测定；
- 第9部分：氢量的测定；
- 第10部分：氧量、氮量的测定；
- 第11部分：碳量的测定；
- 第12部分：痕量杂质元素的测定。

本部分为YS/T ××××的第5部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、核工业二〇三研究所、中国检验认证集团湖南有限公司、瑞士万通中国有限公司。

本部分主要起草人：赵欢娟、×××、×××

铅化学分析方法

第5部分：镉量的测定

1 范围

YS/T ××××的本部分规定了铅中镉含量的测定方法。

本部分适用于铅中镉含量的测定。测定范围：0.00005 % ~ 0.00050 %。

2 原理

试料用氢氟酸-硝酸溶解。用柠檬酸三铵掩蔽铅，在pH 9 ~ 10的氨性介质中，用双硫腙-三氯甲烷萃取镉。在稀盐酸底液中，用示波极谱仪测定镉含量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

3.1 氨水（ ρ 0.90 g/mL）。

3.2 氢氟酸（ ρ 1.13 g/mL）。

3.3 硝酸（ ρ 1.42 g/mL）。

3.4 高氯酸（ ρ 1.68 g/mL）。

3.5 盐酸（1+9）。

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

3.7 双硫腙-三氯甲烷萃取剂（0.5 g/L），称取2.5 g双硫腙溶于400 mL三氯甲烷中，移入1000 mL分液漏斗。加入200 mL氨水（1+9），振荡3 min，静置分层，有机相放入另一个分液漏斗中，水相放入500 mL烧杯中保留。有机相中再加入200 mL氨水（1+9），振荡3 min，静置分层，弃去有机相，合并水相，用脱脂棉滤去不溶物。滴加盐酸（ ρ 1.19 g/mL）使水相酸化，双硫腙沉淀完全后移入分液漏斗中分两次共加入500 mL三氯甲烷振荡提取，使双硫腙溶于有机相。合并有机相，用500 mL水振荡洗涤一次。有机相置于棕色瓶中密封保存。此有机相1 L含5 g双硫腙。用时以三氯甲烷稀释至0.5 g/L。

3.8 柠檬酸三铵-氨水洗涤液：称取3.0 g柠檬酸三铵于150 mL烧杯中，加入50 mL水，1 mL氨水（3.1），移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.9 镉标准贮存溶液：称取0.1000 g金属镉（ $w_{Cd} \geq 99.99\%$ ）于150 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（1+1），加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μ g镉。

3.10 镉标准溶液：移取10.00 mL镉标准贮存溶液（3.9）于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 μ g镉。

3.11 铅标准溶液：称取0.1000 g金属铅（ $w_{Pb} \geq 99.99\%$ ）于150 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（1+2），加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μ g铅。

3.12 氮气（体积分数 $\geq 99.99\%$ ）。

4 仪器设备

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 Cd^{2+} 不大于 1×10^{-7} mol/L，分辨率不大于35 mV。

5 样品

将样品加工成长度不大于 5mm 的碎屑。

6 试验步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 样品（5），精确至 0.0001 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 分析试液的制备

6.4.1 将试料（6.1）置于100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，以5 mL 水润湿。加入2 mL 氢氟酸（3.2），0.5 mL 硝酸（3.3），低温加热至试料溶解完全。冷却后加入5 mL 柠檬酸三铵溶液（3.6），用水稀释至约 40 mL，用氨水（3.1）调节pH 9~10。

6.4.2 将溶液移入100 mL 分液漏斗中，加入10 mL 双硫脲-三氯甲烷萃取剂（3.7），振荡3 min。静置分层，将有机相放入另一个分液漏斗中，再向水相中加入10 mL 双硫脲-三氯甲烷萃取剂（3.7），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。

6.4.3 加入相当于有机相体积1.5 倍的柠檬酸三铵-氨水洗涤液（3.8），振荡洗涤1 min，静置分层，有机相放入干燥的50 mL 烧杯中。

6.4.4 将有机相低温蒸干。加入4 mL 高氯酸（3.4），加热冒烟并蒸至近干。冷却后加入2.00 mL 盐酸（3.5）溶解盐类（如溶液混浊可置于50℃~60℃水浴中放置1min，使溶液澄清），混匀。

6.5 工作曲线的配制

移取0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 镉标准溶液（3.10），置于一组50 mL 烧杯中，低温加热蒸干。各加入2 mL 高氯酸（3.4），加热冒烟并蒸至近干。冷却后加入2.00 mL 盐酸（3.5）溶解盐类，混匀。

试料铅含量大于0.005 % 时，对镉的测定产生干扰，需在工作曲线溶液中各加入与试料含铅量相应的铅标准溶液（3.11）。

6.6 测定

将工作曲线溶液倒入预先加汞的电解池中，通氮气（3.12）5 min。使用示波极谱仪进行阴极化扫描，起始电位-0.20 V。以适当的电流倍率测量镉的二次导数波高，减去工作曲线中零浓度溶液的波

高，以镉量为横坐标，波高为纵坐标，绘制工作曲线。当工作曲线线性相关系数≥0.999时，进行分析试液（6.4.4）的测定，减去随同试料空白试验溶液的波高，从工作曲线上查得相应的镉量。

7 试验数据处理

镉含量以镉的质量分数 w_{Cd} 计，按式（1）计算：

$$w_{Cd} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 m_1 ——自工作曲线上查得的镉量，单位为微克（ μg ）；
 m_0 ——试料的质量，单位为克（ g ）。
计算结果保留至小数点后五位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 1 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）情况不超过 5%。重复性限（ r ）按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

镉的质量分数/%	0.00010	0.00020	0.00040
重复性限/%			

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 2 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）情况不超过 5%。再现性限（ R ）按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

镉的质量分数/%	0.00010	0.00020	0.00040
再现性限/%			

9 试验报告

- 试验报告至少应给出以下几个方面的内容：
- 试验对象；
 - 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
 - 结果；
 - 观察到的异常现象；
 - 试验日期。