

发 布

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

20××—××—××实施

20××—××—××发布

硬质合金化学分析方法 铅量和镉量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of hardmetals—Determination of lead and cadmium content—Flame atomic absorption spectrometric method and

Inductively coupled plasma spectrometric method

## （ISO 26482:2010，Hardmetals— Determination of lead and cadmium content，IDT）

（征求意见稿）

GB/T XXXX-20XX/ISO 26482:2010

3

中华人民共和国国家标准

ICS 77.160

CCS H 63

1. 前  言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件使用翻译法等同采用ISO 26482:2010《硬质合金化学分析方法 铅和镉量的测定》。

与本文件中规范性引用的国际文件一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 12805-2011 实验室玻璃仪器 滴定管（ISO 385，NEQ）

——GB/T 12808-2015 实验室玻璃仪器 单标线吸量管（ISO 648）

——GB/T 12806-2011 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶（ISO 10462，NEQ）

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：株洲硬质合金集团有限公司。

本文件主要起草人：。

硬质合金化学分析方法 铅量和镉量的测定

火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

1. 范围

本文件规定了火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法测定硬质合金中的铅量和镉量。

本文件适用于含铅和镉的产品。测定范围：0.0001%（质量分数）～0.1%（质量分数）。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO 385 实验室玻璃器皿 滴定管

ISO 648 实验室玻璃器皿 单标线吸量管

ISO 10462 实验室玻璃器皿 单标线容量瓶

1. 原理

将试样置于铂皿或聚四氟乙烯（PTFE）烧杯中，采用氢氟硝酸分解试样后，用氢氧化钠溶液溶解钨酸沉淀，用氰化钾掩蔽残余钴，双硫腙萃取分离铅和镉，稀释，采用火焰原子吸收光谱法（AAS）和电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）测定铅和镉量。

1. 试剂

分析中，除非另有说明，所用试剂为分析纯，水为去离子水或相当纯度的水。

4.1 高氯酸，ρ=1.67g/mL。

4.2 硝酸（HNO3），ρ=1.40g/mL，69%～71%，用水稀释配制成（1+1）。

4.3 氢氟酸，40%（质量分数），ρ=1.14g/mL或50%（质量分数），ρ=1.17g/mL。

4.4 柠檬酸铵溶液，250g/L。

4.5 氢氧化钠溶液，250g/L。

4.6 氰化钾，100 g/L。

4.7 氨水。

4.8 双硫腙溶液，溶在三氯甲烷中，0.02%。

在1000mL三氯甲烷中溶解0.2g双硫腙。现用现配或储存于棕色瓶中。

4.9 双硫腙，溶在三氯甲烷中，0.005%。

在1000mL三氯甲烷中溶解0.05g双硫腙。现用现配或储存于棕色瓶中。

4.10 铅标准储备溶液，ρPb(Ⅱ)=1mg/mL

称取0.5g高纯铅， [不小于99.95%（质量分数）]，精确至0.0001g，用30mL硝酸（1+1）（4.2）溶解，冷却，溶液转入已校准的500mL容量瓶中。保持与校准时一致的温度。用水稀释到刻度，混匀。也可以购买有证标准储备溶液。

4.11 镉标准储备溶液，ρCd(Ⅱ)=1mg/mL

称取0.5g高纯镉， [不小于99.95%（质量分数）]，精确至0.0001g，用30mL硝酸（1+1）（4.2）溶解，冷却，溶液转入已校准的500mL容量瓶中。保持与校准时一致的温度。用水稀释到刻度，混匀。也可以购买有证标准储备溶液。

4.12 混合标准溶液，ρCd(Ⅱ) 100μg/mL，ρCd(Ⅱ) 100μg/mL

在250mL容量瓶中，加入30mL浓硝酸，分别用滴定管准确加入25mL浓度为1000mg/mL的铅、镉标准储备溶液（4.10或4.11），用水稀释到刻度，混匀。下列测试方法用于测试表1～表6中的性能。

1. 仪器设备

常规实验室仪器和以下特殊装置。

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-AES）

ICP-AES最好按仪器商说明书优化工作条件后使用。

5.2 火焰原子吸收光谱仪（FAAS）

FAAS最好按仪器商说明书优化工作条件后使用。

* 1. 滴定管，50mL，对照ISO 385，A级。
  2. 移液管，分别为1mL，3mL，5mL，25mL，对照ISO 648，A级。
  3. 容量瓶，100mL，250mL，500mL，对照ISO 1042，A级。
  4. 烧杯，250mL，1000mL，石英或硼硅玻璃

5.7 铂皿，50mL，100mL。

5.8 PTFE烧杯，50mL，100mL。

1. 实验步骤

6.1 试验部分

称取1g试样于铂皿中，精确至0.0001g。用去离子水洗瓶冲洗皿壁一圈，将试样洗入铂皿底部。

加15mL硝酸（4.2）和5mL氢氟酸（4.3），摇动铂皿使NOx（红棕色）烟散尽。加热至试样完全溶解。控制加热温度，防止溶液沸腾。待试样溶解后，加入10mL高氯酸（4.1），继续加热至冒高氯酸白烟，并浓缩试液体积到5mL～10mL。

6.2 处理和提取

取下铂皿，冷却至室温，加20mL硝酸（1+1），盖上表面皿，加热。加入20mL柠檬酸铵溶液（25%）（4.4），继续加热，用PTFE棒搅拌，缓慢地加入40mL氢氧化钠溶液（25%）1）使试液颜色由黄变成粉红。2）。

将试液转入250mL玻璃烧杯中，冷至室温。

加3mL氰化钾（10%）（4.6），用氨水（1+1）（4.7）或硝酸溶液（1+1）调节试液pH值为9.2±0.2。然后将该试液转入分液漏斗，用去离子水清洗烧杯。如果试液的pH值超过8，加入10%氰化钾。

在分液漏斗中加入20mL双硫腙（0.02%）（4.8），振荡5min。

静置，待分液漏斗中双硫腙相与水相分层，将下层的双硫腙相转入一个干净的烧杯中。在分液漏斗中又加人20mL双硫腙（0.02%），振荡5min。

在分液漏斗水相中加人10mL双硫腙（0.005%），振荡5min。静置待液层分离后，将双硫腙相并入前面的烧杯中。

在热水浴中控制60℃～80℃加热试液，直至三氯甲烷完全挥发。

在已干的玻璃烧杯中加入10mL硝酸和5mL高氯酸，放入玻璃棒，盖上表面皿加热至冒高氯酸白烟。赶尽浓烟。冷至室温，转入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

7 分析参数

7.1 原子吸收光谱仪（AAS）波长

7.1.1 所用分析线见表1。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| Pb波长nm | Cd波长nm |
| 283.3 | 228.8 |

7.1.2 使用贫燃空气-乙炔火焰

7.2 电感耦合等离子体波长

7.2.1所用分析线见表2。

表2

|  |  |
| --- | --- |
| Pb波长nm | Cd波长nm |
| 220.3 | 228.8 |

8 校准曲线的配制

8.1 用滴定管或移液管，移取0，1mL，3mL，5mL铅和镉的混合标准溶液（100mg/mL，见4.12）于100mL容量瓶中，钾15mL硝酸，用水稀释至刻度，混匀。

8.2 于7.1和7.2中的波长处，用电感耦合等离子体或原子吸收光谱仪测定系列标准溶液，并绘制校准曲线。

8.3 绘制校准曲线后，测定试液和空白溶液。

9 计算

试料中Pb或Cd量，用毫克每千克表示，由公式（1）和（2）给出：

 （1）

 （2）

式中：

——试料中Pb量，用毫克每千克表示；

——试料中Cd量，用毫克每千克表示；

——试液中元素的质量浓度，用毫克每升表示；

——试剂空白溶液中元素的质量浓度，用毫克每升表示；

——试液的稀释体积，用毫升表示；

­——试料的质量，用克表示。

10 试验报告

试验报告应至少包含以下信息：

a) 样品，实验室和分析日期等所有必要信息；

b）引用本标准的方法；

c) 结果及表述形式

d) 使用的分析线

e) 记录测定中出现的异常现象；

f) 任何本标准未规定的操作，或可能影响结果的可选操作。