

中华人民共和国市场监督管理总局

中国国家标准化管理委会 发布

201×-××-××实施

201×-××-××发布

**碲锌镉化学分析方法**

**锌量、镉量的测定 电感耦合等离子发射光谱法**

Methods for chemical analysis of cadmium zinc telluride

-Determination of cadmium,zinc content

-Inductively coupled plasma spectrometry

中华人民共和国国家标准

ICS77.150.99

H 14

**GB/T XXXX-20XX**

前  言

本标准按照GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准负责起草单位：

本标准主要起草人：

碲锌镉化学分析方法 锌量、镉量的测定

电感耦合等离子发射光谱法

1　范围

本部分规定了碲锌镉中锌量、镉量的测定方法。

本部分适用于碲锌镉中锌量、镉量的测定，测定范围（质量分数）：锌量为1.00 %~30.00 %，镉量为20.00 %~46.00 %。

2　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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　　原理

试料经硝酸、盐酸溶解后，溶液定容后称重，以钇为内标元素，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定试料溶液中待测元素特征谱线的强度，通过内标标准曲线法计算出试料中锌量、镉量。

5　试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的实验室二级水。

5.1 盐酸（ρ1.19 g/mL）。

5.2 盐酸（1+10）。

5.3 硝酸（ρ1.42 g/mL）。

5.4 锌标准溶液：称取0.10g金属锌（*ω*Zn≥99.99 %）（精确到0.0001g）于250 mL烧杯中，加入15 mL盐酸（5.1）、5 mL硝酸（5.3），低温加热至完全溶解，取下，冷却至室温，用少量水冲洗表面皿，将试液转移入预先烘干称重的250 mL容量瓶（m1）中，用水稀释至刻度，称取质量(m2)，混匀，此溶液约每g含锌量为400ug。

5. 5 镉标准溶液：称取0.10g金属镉（*ω*Cd≥99.99 %）（精确到0.0001g）于250 mL烧杯中，加入15 mL盐酸（5.1）、5 mL硝酸（5.3），低温加热至完全溶解，取下，冷却至室温，用少量水冲洗表面皿，将试液转移入预先烘干称重的250 mL容量瓶（m3）中，用水稀释至刻度，称取质量(m4)，混匀，此溶液约每g含镉量为400ug。

5. 6 钇标准溶液 称取0.1270g三氧化二钇（*ω*Y2O3≥99.99 %），加入30 mL盐酸（5.2），加热溶解，取下冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含0.10mg钇。

5.7 碲溶液：称取0.20g碲（*ω*Te≥99.99 %）（精确到0.0001g）于250 mL烧杯中，加入15 mL盐酸（5.1）、5 mL硝酸（5.3），低温加热至完全溶解，取下，冷却至室温，用盐酸（5.2）冲洗表面皿，将试液转移入100 mL容量瓶，用盐酸（5.2））稀释至刻度，混匀。

6　仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，分辨率<0.006 nm(200 nm处)。

6.2 分析线

锌、镉、钇分析线见表1。

表1 各元素的分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Zn | Cd | Y |
| 波长/nm | 213.856 | 214.438 | 360.074 |

7 样品

7.1 试样粒度应不大于0.082 mm。

7.2 试样经105 ℃±5 ℃干燥 1 h，置于干燥器中冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.40 g试样，精确至0.000 1 g。

8.2 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.3 空白试验

 随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于250 mL烧杯中，少许水润湿试料，加入5mL硝酸（5.3）、15mL盐酸（5.1），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下，冷却至室温，用盐酸（5.2）冲洗表面皿，将试液转移入已预先烘干称重的100 mL容量瓶（m5）中，用盐酸（3.2）稀释至刻度，称取质量（m6），混匀。

8.4.2 按照下表2移取上述试液于已预先烘干称重的100 mL容量瓶（m7）中,称取移取的溶液质量（m8）,加入10.00 mL钇标准溶液（5.6），用盐酸（5.2）稀释至刻度，称取质量(m9)，混匀待测。

 表2 分取的溶液体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品中的锌含量（%） | 移取的溶液体积（mL） | 样品中的镉含量（%） | 移取的溶液体积（mL） |
| 1～4 | 10 | 10～50 | 2 |
| 4～10 | 5 | 1～10 |  |
| 10～30 | 2 |  |  |

注：当根据样品中的镉含量分取的溶液体积和根据样品中的锌含量分取的溶液体积相同时，可以分取一份同时检测镉含量和锌含量，否则需要分取两份分别测定镉含量和锌含量。

8.5 标准溶液

8.5.1 分别移取0mL、1.0mL、5.0mL、10.0mL锌标准溶液（5.4）于4个已预先烘干称重的100mL容量瓶中，称重。然后再分别移取0mL、1.0mL、5.0mL、10.0mL镉标准溶液（5.5）于这4个容量瓶中，称重。

8.5.2 在以上4个容量瓶中分别加入10.00 mL钇标准溶液（5.6），再根据移取的样品中的碲量加入相应体积数的碲溶液(5.7)，用盐酸（1+10）水稀释至刻度，称取质量，摇匀。

8.6 测定

 将空白试验溶液（8.3）、分析试液（8.4）与标准系列溶液（8.5）同时用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定。

9 分析结果的计算

试料中锌量、镉量按式（1）进行计算：

……………………（1）

式中：

*x* ——被测元素（锌或镉）；

*ρx*——测得被测试料溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每克(µg/g)；

*ρ0*——测得空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每克(µg/g)；

*m5*——试料溶液定容前空容量瓶的质量，单位为克（g）；

*m6*——试料溶液定容后容量瓶和溶液的总质量，单位为克（g）；

*m7*——移取试料溶液定容用的空容量瓶的质量，单位为克（g）；

*m8*——移取的溶液质量，单位为克（g）；

*m9*——移取的溶液定容后容量瓶和溶液的总质量，单位为克（g）；

*m—*—称取的样品质量，单位为克（g）；

计算结果保留至小数点后两位。

10 精密度

10.1 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，在以下给出的平均值范围内，这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）的情况不超过5 %，重复性限（r）按表2数据采用线性内插法获得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wGa*/ % |  |  |  |  |  |
| *r*/ % |  |  |  |  |  |
| *wIn*/ % |  |  |  |  |  |
| *r*/ % |  |  |  |  |  |

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5 %，再现性限（R）按表3数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *WZn*/ % |  |  |  |  |  |
| *R*/ % |  |  |  |  |  |
| *WCd*/ % |  |  |  |  |  |
| *R*/ % |  |  |  |  |  |

9 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

——试样；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附录A

精密度数据是在2021年由12家试验室对4个不同水平样品的镉含量、锌含量进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的镉量、锌量在重复性条件下独立测定11次或7次。测量原始数据见表A.1

A.1 精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | n | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 |
| Zn | Cd | Zn | Cd | Zn | Cd | Zn | Cd |
| 1 | 1 | 1.057 | 45.39 | 5.008 | 39.81 | 14.97 | 25.99 | 20.14 | 18.98 |
| 2 | 1.044 | 45.26 | 5.029 | 39.95 | 14.93 | 25.89 | 20.12 | 18.89 |
| 3 | 1.049 | 45.19 | 5.053 | 39.84 | 14.99 | 25.94 | 20.13 | 18.84 |
| 4 | 1.050 | 45.49 | 5.009 | 39.96 | 14.99 | 25.84 | 20.16 | 18.86 |
| 5 | 1.055 | 45.48 | 5.039 | 40.01 | 15.06 | 25.95 | 20.08 | 18.98 |
| 6 | 1.054 | 45.32 | 5.029 | 39.80 | 15.00 | 25.92 | 20.20 | 19.00 |
| 7 | 1.047 | 45.64 | 5.046 | 39.82 | 15.03 | 25.90 | 20.17 | 18.94 |
| 8 | 1.053 | 45.53 | 5.019 | 39.86 | 15.02 | 25.96 | 20.19 | 19.05 |
| 9 | 1.057 | 45.32 | 5.048 | 39.86 | 15.09 | 25.95 | 20.17 | 18.99 |
| 10 | 1.056 | 45.36 | 5.023 | 40.06 | 15.08 | 26.06 | 20.08 | 18.96 |
| 11 | 1.057 | 45.51 | 5.029 | 39.79 | 15.14 | 25.93 | 19.99 | 18.98 |
| 2 | 1 | 1.010 | 45.54 | 5.020 | 39.86 | 14.88 | 25.90 | 19.95 | 19.01 |
| 2 | 1.020 | 45.43 | 5.070 | 40.15 | 14.95 | 26.14 | 19.92 | 19.04 |
| 3 | 1.000 | 45.66 | 5.050 | 40.08 | 15.06 | 25.79 | 19.71 | 19.24 |
| 4 | 1.020 | 45.47 | 4.980 | 39.68 | 15.10 | 25.81 | 19.75 | 19.15 |
| 5 | 1.030 | 45.92 | 5.010 | 39.89 | 14.93 | 26.11 | 20.03 | 19.13 |
| 6 | 0.990 | 45.63 | 5.020 | 40.13 | 14.85 | 25.75 | 19.93 | 18.88 |
| 7 | 0.990 | 45.65 | 4.990 | 39.74 | 15.00 | 26.26 | 20.08 | 19.08 |
| 3 | 1 | 1.001 | 45.53 | 5.09 | 40.12 | 15.16 | 25.98 | 20.17 | 18.97 |
| 2 | 1.001 | 45.39 | 5.11 | 39.92 | 15.33 | 26.01 | 20.43 | 19.07 |
| 3 | 1.002 | 44.48 | 5.12 | 39.84 | 14.94 | 25.93 | 20.07 | 19.01 |
| 4 | 0.989 | 45.33 | 5.05 | 40.05 | 14.99 | 25.89 | 20.23 | 19.11 |
| 5 | 1.001 | 45.43 | 5.13 | 40.15 | 15.40 | 25.99 | 20.45 | 18.98 |
| 6 | 0.998 | 45.64 | 5.06 | 39.97 | 15.35 | 26.01 | 20.15 | 19.09 |
| 7 | 0.991 | 45.67 | 5.11 | 39.88 | 15.33 | 25.88 | 20.43 | 18.85 |
| 8 | 0.999 | 45.43 | 5.09 | 40.25 | 14.96 | 25.89 | 20.29 | 19.08 |
| 9 | 0.999 | 45.22 | 5.13 | 39.95 | 15.22 | 25.96 | 20.44 | 18.96 |
| 10 | 1.002 | 45.48 | 5.07 | 40.24 | 15.16 | 25.66 | 20.12 | 19.98 |
| 11 | 1.000 | 45.44 | 5.14 | 39.69 | 15.15 | 25.97 | 20.33 | 18.98 |
| 4 | 1 | 1.030 | 45.22 | 5.010 | 40.17 | 15.31 | 26.37 | 20.35 | 19.16 |
| 2 | 1.030 | 45.45 | 4.990 | 40.44 | 15.13 | 26.36 | 20.18 | 19.38 |
| 3 | 1.090 | 44.90 | 4.960 | 40.22 | 15.66 | 26.42 | 19.96 | 19.12 |
| 4 | 1.050 | 45.23 | 5.080 | 39.80 | 15.47 | 26.45 | 20.02 | 19.13 |
| 5 | 1.060 | 45.66 | 5.170 | 39.62 | 15.66 | 26.28 | 20.00 | 19.24 |
| 6 | 1.030 | 45.38 | 5.240 | 39.76 | 15.47 | 26.54 | 20.29 | 19.26 |
| 7 | 1.060 | 45.33 | 5.110 | 40.04 | 15.12 | 26.23 | 20.00 | 19.29 |
| 8 | 1.090 | 45.61 | 5.060 | 40.61 | 15.05 | 26.33 | 20.05 | 19.28 |
| 9 | 1.080 | 45.32 | 4.970 | 40.35 | 15.09 | 26.27 | 20.17 | 19.37 |
| 10 | 1.060 | 45.39 | 5.030 | 40.12 | 15.04 | 26.28 | 20.15 | 19.64 |
| 11 | 1.010 | 45.56 | 5.060 | 39.96 | 15.06 | 26.36 | 20.31 | 19.36 |
| 5 | 1 | 1.092 | 45.06 | 5.066 | 39.93 | 14.96 | 25.79 | 20.19 | 18.88 |
| 2 | 1.091 | 45.38 | 5.088 | 39.96 | 14.97 | 25.68 | 20.32 | 19.07 |
| 3 | 1.092 | 45.16 | 5.116 | 40.11 | 15.10 | 25.86 | 20.32 | 18.89 |
| 4 | 1.086 | 45.29 | 5.102 | 40.16 | 14.98 | 25.88 | 20.27 | 19.06 |
| 5 | 1.090 | 45.20 | 5.102 | 40.08 | 14.98 | 25.75 | 20.19 | 19.03 |
| 6 | 1.088 | 45.28 | 5.090 | 39.89 | 15.10 | 25.89 | 20.27 | 18.89 |
| 7 | 1.090 | 45.11 | 5.101 | 39.98 | 15.11 | 25.86 | 20.25 | 18.97 |
| 6 | 1 | 1.053 | 45.30 | 5.070 | 39.86 | 14.90 | 25.85 | 19.94 | 19.15 |
| 2 | 1.052 | 45.40 | 5.082 | 39.66 | 15.01 | 25.66 | 20.11 | 18.89 |
| 3 | 1.070 | 45.55 | 5.055 | 40.02 | 15.16 | 25.98 | 20.25 | 19.06 |
| 4 | 1.068 | 45.45 | 5.048 | 39.92 | 14.95 | 26.11 | 20.06 | 18.90 |
| 5 | 1.048 | 45.49 | 5.061 | 40.10 | 14.92 | 26.05 | 20.02 | 18.85 |
| 6 | 1.050 | 45.55 | 5.029 | 39.80 | 15.06 | 25.92 | 20.20 | 19.10 |
| 7 | 1.062 | 45.76 | 5.036 | 39.82 | 15.03 | 25.88 | 19.90 | 18.99 |
| 7 | 1 | 1.042 | 45.49 | 4.990 | 40.19 | 15.14 | 26.16 | 20.33 | 19.07 |
| 2 | 1.045 | 45.20 | 4.980 | 40.01 | 15.17 | 26.13 | 20.39 | 18.97 |
| 3 | 1.046 | 45.26 | 4.979 | 40.03 | 15.14 | 26.05 | 20.25 | 19.06 |
| 4 | 1.048 | 45.22 | 4.985 | 39.98 | 15.15 | 26.05 | 20.21 | 19.08 |
| 5 | 1.048 | 45.56 | 5.000 | 40.07 | 15.22 | 26.21 | 20.26 | 19.03 |
| 6 | 1.042 | 45.32 | 4.995 | 40.20 | 15.13 | 26.18 | 20.26 | 19.14 |
| 7 | 1.056 | 45.50 | 5.009 | 40.16 | 15.12 | 26.05 | 20.25 | 19.03 |
| 8 | 1 | 1.038 | 45.44 | 5.011 | 39.88 | 14.96 | 25.77 | 19.99 | 18.88 |
| 2 | 1.042 | 45.29 | 4.991 | 40.02 | 14.89 | 25.78 | 20.03 | 18.99 |
| 3 | 1.049 | 45.61 | 4.989 | 40.11 | 15.02 | 25.91 | 19.98 | 18.91 |
| 4 | 1.041 | 45.58 | 5.012 | 39.85 | 15.01 | 25.84 | 20.09 | 18.88 |
| 5 | 1.051 | 45.34 | 5.003 | 39.94 | 14.94 | 25.92 | 20.01 | 18.98 |
| 6 | 1.054 | 45.28 | 5.026 | 39.91 | 14.88 | 25.87 | 20.07 | 19.02 |
| 7 | 1.047 | 45.48 | 5.016 | 39.82 | 15.06 | 25.79 | 20.11 | 19.05 |
| 8 | 1.053 | 45.38 | 4.995 | 39.88 | 15.09 | 25.85 | 19.98 | 18.89 |
| 9 | 1.057 | 45.37 | 4.985 | 39.86 | 14.91 | 25.91 | 19.99 | 18.79 |
| 10 | 1.039 | 45.44 | 5.014 | 40.01 | 14.96 | 25.94 | 20.04 | 18.94 |
| 11 | 1.045 | 45.61 | 5.019 | 39.77 | 15.03 | 25.88 | 19.95 | 18.98 |
| 9 | 1 | 1.031 | 46.01 | 5.057 | 40.57 | 15.33 | 26.49 | 19.99 | 18.79 |
| 2 | 1.018 | 45.66 | 5.029 | 40.36 | 15.24 | 26.15 | 20.35 | 18.98 |
| 3 | 1.024 | 45.78 | 5.037 | 40.28 | 15.41 | 26.33 | 20.40 | 18.81 |
| 4 | 1.037 | 45.73 | 5.021 | 40.34 | 15.27 | 26.21 | 20.04 | 18.62 |
| 5 | 1.028 | 45.61 | 5.018 | 40.12 | 15.39 | 26.04 | 20.22 | 19.01 |
| 6 | 1.013 | 45.38 | 5.045 | 40.07 | 15.19 | 26.12 | 20.31 | 18.75 |
| 7 | 1.017 | 45.85 | 5.022 | 40.01 | 15.26 | 25.98 | 20.14 | 18.82 |
| 8 | 1.033 | 45.92 | 5.051 | 40.17 | 15.30 | 26.04 | 20.35 | 18.95 |
| 9 | 1.025 | 45.73 | 5.034 | 39.98 | 15.38 | 26.15 | 20.08 | 18.77 |
| 10 | 1.012 | 45.54 | 5.036 | 40.21 | 15.25 | 25.87 | 20.27 | 18.83 |
| 11 | 1.026 | 45.62 | 5.025 | 40.06 | 15.34 | 25.95 | 20.31 | 18.92 |
| 10 | 1 | 1.026 | 45.60 | 4.900 | 40.13 | 15.12 | 26.04 | 20.33 | 19.09 |
| 2 | 1.031 | 45.64 | 4.798 | 40.09 | 15.15 | 26.29 | 20.61 | 19.21 |
| 3 | 1.024 | 45.59 | 4.870 | 40.19 | 15.13 | 26.03 | 20.48 | 19.21 |
| 4 | 1.034 | 45.68 | 4.847 | 39.95 | 15.17 | 26.26 | 20.33 | 19.19 |
| 5 | 1.022 | 45.63 | 4.882 | 40.24 | 15.12 | 26.20 | 20.24 | 18.87 |
| 6 | 1.044 | 45.44 | 4.908 | 40.20 | 15.25 | 25.88 | 20.30 | 19.10 |
| 7 | 1.022 | 45.44 | 4.815 | 40.07 | 15.22 | 26.07 | 20.47 | 19.07 |
| 8 | 1.043 | 45.32 | 4.816 | 40.05 | 15.27 | 26.11 | 20.33 | 19.08 |
| 9 | 1.043 | 45.73 | 4.895 | 40.22 | 15.25 | 26.06 | 20.35 | 19.05 |
| 10 | 1.034 | 45.73 | 4.913 | 40.05 | 15.21 | 26.07 | 20.29 | 18.94 |
| 11 | 1.034 | 45.33 | 4.948 | 40.05 | 15.25 | 26.02 | 20.40 | 18.84 |
| 11 | 1 | 1.051 | 45.32 | 4.935 | 39.65 | 15.31 | 26.13 | 20.36 | 19.18 |
| 2 | 1.050 | 45.34 | 4.972 | 39.54 | 15.28 | 26.08 | 20.29 | 19.08 |
| 3 | 1.054 | 45.45 | 4.935 | 39.56 | 15.26 | 26.03 | 20.23 | 19.16 |
| 4 | 1.051 | 45.14 | 4.966 | 39.42 | 15.31 | 26.12 | 20.25 | 19.09 |
| 5 | 1.049 | 45.13 | 4.956 | 39.68 | 15.21 | 26.11 | 20.32 | 19.12 |
| 6 | 1.056 | 45.36 | 4.939 | 39.65 | 15.27 | 26.04 | 20.36 | 19.17 |
| 7 | 1.048 | 45.16 | 4.971 | 39.56 | 15.18 | 26.11 | 20.28 | 19.16 |
| 8 | 1.049 | 45.12 | 4.956 | 39.46 | 15.22 | 25.98 | 20.39 | 19.21 |
| 9 | 1.046 | 45.27 | 4.965 | 39.66 | 15.25 | 25.96 | 20.38 | 19.03 |
| 10 | 1.054 | 45.26 | 4.942 | 39.42 | 15.19 | 25.97 | 20.23 | 19.18 |
| 11 | 1.055 | 45.36 | 4.966 | 39.69 | 15.18 | 26.03 | 20.32 | 19.15 |
| 12 | 1 | 1.060 | 45.32 | 5.110 | 40.46 | 15.02 | 25.98 | 20.29 | 18.87 |
| 2 | 1.090 | 45.19 | 5.060 | 40.05 | 15.05 | 26.27 | 20.02 | 18.94 |
| 3 | 1.080 | 45.16 | 4.970 | 40.12 | 14.91 | 25.82 | 20.05 | 18.79 |
| 4 | 1.060 | 45.23 | 5.030 | 39.96 | 15.04 | 25.89 | 19.89 | 19.13 |
| 5 | 1.010 | 45.36 | 5.060 | 39.92 | 15.06 | 26.01 | 20.05 | 19.04 |
| 6 | 1.030 | 45.38 | 5.010 | 39.76 | 15.07 | 26.04 | 20.11 | 18.78 |
| 7 | 1.060 | 45.35 | 4.980 | 40.04 | 14.95 | 25.89 | 20.00 | 19.09 |
| 8 | 1.010 | 45.31 | 5.060 | 40.31 | 15.05 | 26.03 | 20.05 | 19.01 |
| 9 | 1.080 | 45.32 | 4.970 | 40.35 | 15.09 | 26.27 | 20.17 | 19.02 |
| 10 | 1.060 | 45.39 | 4.920 | 40.12 | 15.05 | 26.08 | 20.15 | 19.05 |
| 11 | 1.010 | 45.56 | 5.060 | 39.93 | 15.06 | 26.06 | 20.31 | 18.94 |