



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.24—2010
代替 GB/T 14506.24—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 24 部分：镉量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 24: Determination of cadmium content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

硅酸盐岩石化学分析方法

第 24 部分：镉量测定

GB/T 14506.24—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字

2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-40968

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钡量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 24 部分。

本部分代替 GB/T 14506.24—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 盐酸-碘化钾-四乙基溴(碘)化铵底液极谱法测定镉量》。

本部分与 GB/T 14506.24—1993 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了警示、警告内容。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。



GB/T 14506.24—2010

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：王苏明、颜茂弘。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.24—1993。



硅酸盐岩石化学分析方法

第 24 部分: 镉量测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中镉量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中镉量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中镉量的测定。

测定范围:0.05 $\mu\text{g/g}$ 以上的镉量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分:吸附水量测定

3 原理

试料用盐酸-硝酸-氢氟酸分解,加入少量高氯酸,加热蒸发至白烟冒尽以赶走氢氟酸,转化成 2 mol/L 的盐酸溶液,经 717 型阴离子交换树脂使镉与许多干扰元素分离。吸附在树脂上的镉用热硝酸洗提,蒸干赶走硝酸,然后在盐酸-碘化钾-四乙基溴(碘)化铵底液中,在示波极谱仪上,峰电位约为 -0.70 V (对饱和甘汞电极),吸附催化电流峰高与镉浓度呈线性关系,计算镉量。

4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 盐酸($\rho 1.19\text{ g/mL}$),优级纯。

4.2 盐酸(1+1),优级纯。

4.3 盐酸(3+7),优级纯。

4.4 盐酸 $c(\text{HCl})=2\text{ mol/L}$:取 100 mL 盐酸(4.1)置于 600 mL 烧杯中,加入 500 mL 水,搅匀。

4.5 硝酸($\rho 1.42\text{ g/mL}$),优级纯。

4.6 硝酸(1+9)。

4.7 氢氟酸($\rho 1.15\text{ g/mL}$)。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴手套,防止皮肤接触。

4.8 高氯酸($\rho 1.67\text{ g/mL}$),优级纯。警告——易爆品,小心操作!

4.9 四乙基溴(碘)化铵溶液(10 g/L)。

4.10 碘化钾溶液 $c(\text{KI})=1\text{ mol/L}$:称取 16.6 g 碘化钾,置于 150 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,搅匀。

4.11 抗坏血酸溶液(100 g/L)。用时现配。

4.12 717 型阴离子交换树脂:

- a) 树脂的处理:将市售 717 型阴离子交换树脂烘干后,用棒磨碎样机破碎,取 60 筛孔~80 筛孔和 40 筛孔~60 筛孔的树脂按 1:1 混合均匀。先用氢氧化钠溶液(40 g/L)浸泡 4 h,用倾泻法洗至中性,然后用硝酸(4.6)浸泡 4 h,洗至中性备用;
- b) 交换柱的装填:取内径为 0.5 cm~0.6 cm、长为 10 cm~12 cm 的交换柱(或以短颈漏斗代替),下端塞一团尼龙丝或玻璃纤维,在柱中注满水,用自然沉降法将树脂[4.12a)]倾入柱中使树脂高度达 5 cm~6 cm,再在上端塞一团尼龙丝或玻璃纤维,控制流速为 1.5 mL/min~2.0 mL/min,用盐酸(4.4)平衡后备用;
- c) 交换柱的再生:交换柱使用过后,用热水洗涤至中性(pH 试纸检查),再用盐酸(4.4)平衡后备用。经多次使用后,如发现流速减慢,则用新树脂重新装柱。

4.13 镉标准溶液:

- a) 镉标准溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$):
称取 0.114 2 g 预先经 700 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 h,并置于干燥器中冷却的高纯氧化镉,置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(4.2)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 100.0 μg 镉;
- b) 镉标准溶液(5.0 $\mu\text{g/mL}$):
分取 25.0 mL 镉标准溶液[4.13a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 5.0 μg 镉;
- c) 镉标准溶液(0.20 $\mu\text{g/mL}$):
分取 20.0 mL 镉标准溶液[4.13b)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 0.20 μg 镉。

5 仪器

警告——应按照极谱仪仪器使用规程,在有良好通风条件并经活性炭吸附处理汞的设施中进行操作,以避免汞对环境的污染。

5.1 示波极谱仪,参比电极:饱和甘汞电极。

5.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

6.1 试样粒径应小于 74 μm 。

6.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

7 分析步骤

7.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

称取 1 g 试料,精确至 0.1 mg。

7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料(7.2)置于 18 mL 瓷坩埚中,放入高温炉中,从低温升温至 550 °C~600 °C,保持半小时,取出,冷却。转入 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用少量水洗涤坩埚,加入 15 mL 盐酸(4.1),盖上表面皿,置于电热板上,加热片刻,加入 5 mL 硝酸(4.5),继续加热,约半小时后,用水吹洗表面皿后移去,蒸发溶液至 1 mL 左右,加入 10 mL 氢氟酸(4.7)及 1 mL 高氯酸(4.8),低温加热分解试料,蒸发至冒白烟,取下稍冷,再加入 5 mL 氢氟酸(4.7)继续加热至试料分解完全,蒸发至冒白烟,稍冷,用水吹洗杯壁,再蒸发至白烟冒尽,稍冷。趁烧杯尚保持余热时,加入 8.0 mL 盐酸(4.2)溶解盐类,需要时可以盖上表面皿加热助溶,加入 16 mL 水使溶液最后酸度为 2 mol/L。

注:如发现最后的溶液不十分清澈时,可以加入 2 滴~4 滴聚环氧乙烷溶液(0.05%),轻轻摇动烧杯(切勿搅拌),放置片刻后上柱。

7.5.2 离子交换分离富集

将溶液(7.5.1)经漏斗[在滤纸上加入少许纸浆,并先用盐酸(4.4)洗几次]过滤入交换柱,用盐酸(4.4)洗涤烧杯及滤纸,直至滤纸上三氯化铁的黄色洗净,移去漏斗,再洗树脂数次,流出液弃去。然后每次用 60 °C~80 °C 的 5 mL 热硝酸(4.6)洗提镉共 5 次~6 次,用 50 mL 烧杯承接洗提流出液。

7.5.3 处理洗提液

在洗提流出液(7.5.2)中加入 0.5 mL 高氯酸(4.8),蒸发至冒白烟,稍冷,用水吹洗杯壁,再蒸发至白烟冒尽,加入 2 mL 盐酸(4.2),再蒸干,稍冷。

7.5.4 定容

趁烧杯尚保持余热时,加入 0.25 mL 盐酸(4.3)及 0.5 mL 四乙基溴(碘)化铵溶液(4.9),再加入 0.5 mL 碘化钾溶液(4.10),用细水流移入已有 1 mL 抗坏血酸溶液(4.11)的 10 mL 具塞比色管中并稀释至刻度,摇匀。

7.6 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镉标准溶液[4.13c)],置于一系列 25 mL 烧杯中,蒸干。以下按(7.5.4)分析步骤进行。

7.7 极谱测定

将部分溶液倾入电解池中,用示波极谱仪导数部分进行测定,起始电位为-0.40 V。同时进行校准溶液系列的极谱测定。

7.8 校准曲线绘制

以镉量为横坐标,峰高为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的镉量。

8 结果计算

8.1 计算结果以质量分数 $w(\text{Cd})$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)计算镉量:

$$w(\text{Cd}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的镉量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的镉量,单位为微克(μg);

m ——试料量,单位为克(g)。

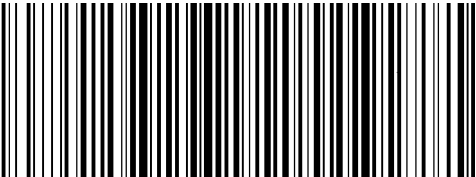
8.2 分析结果以 0.0x $\mu\text{g/g}$ 、0.xx $\mu\text{g/g}$ 、x.xx $\mu\text{g/g}$ 表示。

9 精密度

硅酸盐岩石中镉量测定结果的精密度见表 1。

表 1 精密度 单位为微克每克

成 分	水平范围 <i>m</i>	重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
Cd	0.05~0.65	$r=0.010+0.133m$	$R=0.293m^{0.76}$
注：本精密度数据是由 5 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			



GB/T 14506.24-2010

版权专有 侵权必究
*

书号:155066 • 1-40968