ICS 77.120.10

H12



**中华人民共和国国家标准**

GB/T 20975.6—201X

代替GB/T 20975.6—2008

铝及铝合金化学分析方法

第6部分：镉含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminum and aluminum alloys

Part 6：Determination of cadmium contents

（审定稿）

201X-XX-XX 发布 201X-XX-XX 实施

 发 布

**国家市场监督管理总局**

**中国国家标准化管理委员会**

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为37部分：

——第1部分：汞含量的测定

——第2部分：砷含量的测定

——第3部分：铜含量的测定

——第4部分：铁含量的测定

——第5部分：硅含量的测定

——第6部分：镉含量的测定

——第7部分：锰含量的测定

——第8部分：锌含量的测定

——第9部分：锂含量的测定火焰原子吸收光谱法

——第10部分：锡含量的测定

——第11部分：铅含量的测定

——第12部分：钛含量的测定

——第13部分：钒含量的测定

——第14部分：镍含量的测定

——第15部分：硼含量的测定

——第16部分：镁含量的测定

——第17部分：锶含量的测定

——第18部分：铬含量的测定

——第19部分：锆含量的测定

——第20部分：镓含量的测定丁基罗丹明B分光光度法

——第21部分: 钙含量的测定

——第22部分：铍含量的测定

——第23部分：锑含量的测定

——第24部分：稀土总含量的测定

——第25部分：元素含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法

——第26部分：碳含量的测定红外吸收法

——第27部分：铈、镧、钪含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法

——第28部分：钴含量的测定火焰原子吸收光谱法

——第29部分：鉬含量的测定硫氰酸盐分光光度法

——第30部分：氢含量的测定加热提取热导法

——第31部分: 磷含量的测定钼蓝分光光度法

——第32部分：铋含量的测定

——第33部分：钾含量的测定火焰原子吸收光谱法

——第34部分：钠含量的测定火焰原子吸收光谱法

——第35部分：钨含量的测定火焰原子吸收光谱法

——第36部分：银含量的测定火焰原子吸收光谱法

——第37部分：铌含量的测定

本部分为GB/T 20975的第6部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分是对GB/T 20975.6-2008《铝及铝合金化学分析方法第6部分：镉含量的测定》的制、修订，本部分与GB/T 20975.6-2008相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——增加了标准使用安全警告；

——增加了“2 规范性引用文件”；

——增加了“3 术语和定义”；

——修改了标准的适用范围，火焰原子吸收光谱法测定范围：0.010%～0.60%；EDTA滴定法测定范围：4.0 %～11.0 %；

——增加了“4.7.2再现性”；

——增加了“5 EDTA滴定法”；

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本部分起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心、有色金属技术经济研究院、中铝材料应用研究院有限公司、北京有色金属与稀土应用研究所、西安汉唐分析检测有限公司、中铝洛阳铜业有限公司、昆明冶金研究院、有研亿金新材料有限公司、华南理工大学、江苏北矿金属循环利用科技有限公司、山东南山铝业股份有限公司、东北轻合金有限责任公司。

本部分主要起草人：王长华、刘丽媛、李甜、墨淑敏、李满芝、国家再生、席欢、邱长丹、苏玉龙、张金娥、徐钊、许海燕、邢银娟、翟通德、李佗、杨军红、瓮溢华、寇志磊、贺铭兰、刘维理、杨伟、王伟华、庞欣、万小勇、戴凤英、宋国胜、徐露、姚巧萍、于宏、张亮亮、周兵。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.25—1986；

——GB/T 6987.25—2001；

——GB/T 20975.6—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第6部分：镉含量的测定

警告—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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 20975的本部分规定了采用火焰原子吸收光谱法和EDTA滴定法测定铝及铝合金中镉含量的方法。

本部分适用于铝及铝合金中镉含量的测定。火焰原子吸收光谱法测定范围：0.010%～0.60%；EDTA滴定法测定范围：4.0 %～11.0 %。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8005.2-2011 铝及铝合金术语 第2部分：化学分析

1. 术语和定义

GB/T 20000.1-2015、GB/T 8005.2-2011界定的术语和定于适用于本文件。

1. 火焰原子吸收光谱法
	1. 方法提要

样品用盐酸和过氧化氢溶解，于波长228.8 nm处，以空气-乙炔贫燃火焰，测量其吸光度，用工作曲线法计算镉含量。

4.2试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1铝（*ω*Al ≥99.99%,*ω*Cd ≤0.001%）。

4.2.2过氧化氢（*ρ=*1.10 g/mL）。

4.2.3氢氟酸（*ρ=*1.14 g/mL）。

4.2.4盐酸（1+1）。

4.2.5硝酸（1+1）。

4.2.6硫酸（1+1）。

4.2.7铝溶液（20 mg/mL) ：称取20.00 g经酸洗的铝（4.2.1）至于烧杯中，盖上表面皿，分次加入总量为200 mL盐酸(4.2.4) 待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解，将溶液蒸发至约100 mL,冷却。将溶液移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.2.8 镉标准贮存溶液：称取1.0000 g金属镉（*ω*Cd≥99.99%）置于烧杯中，盖上表面皿，加入10 mL盐酸（4.2.4），缓慢加热至完全溶解，煮沸数分钟，冷却。将溶液移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg 镉。

4.2.9 镉标准溶液：移取50 mL镉标准贮存溶液（4.2.8）于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.1 mg 镉。

4.3仪器设备

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：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，镉的特征质量浓度不大于0.028 µg/mL。

——精密度：用最高标浓度准溶液测量10次，其吸光度的标准偏差应不超过其平均吸光度的1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零浓度”标准溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应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为5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。

4.4试样

将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

4.5分析步骤

4.5.1 试料

称取质量（m）为0.50 g试样（4.4），精确至0.0001 g。

4.5.2平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3空白试验

称取与试料相同量的铝（4.2.1）代替（4.5.1），随同试料做空白试验。

4.5.4测定

4.5.4.1置于200 mL烧杯中，依次加入15 mL盐酸（4.2.4），待剧烈反应停止后，加入0.5 mL过氧化氢（4.2.2），低温加热至溶解完全，煮沸至过氧化氢完全分解，冷却。

表 1定容体积及分取体积

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 镉质量分数/% | 总体积V1/mL | 分取体积V2/mL | 测定体积V3/mL | 补加盐酸（4.2.4）体积/mL |
| 0.01~0.05 | 100 | - | 全量 | - |
| >0.05~0.2 | 200 | - | 全量 | 15 |
| >0.2~0.6 | 250 | 25 | 100 | 13.5 |

4.5.4.2使用空气-乙炔火焰进行测定于原子吸收光谱仪波长228.8 nm处，以水调零，测量溶液（4.5.4）及空白试料溶液（4.5.3）中的镉的吸光度。从标准工作曲线计算得镉的质量浓度。

4.5.5.工作曲线的绘制

4.5.5.1系列标准溶液的制备

4.5.5.1.1 适用于质量分数0.01%～0.05%镉含量

分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL镉标准溶液（4.2.9）于一组100 mL容量瓶中，各加入25 mL铝溶液（4.2.7）和15 mL盐酸(4.2.4)，以水稀释至刻度，混匀。

4.5.5.1.2 适用于质量分数>0.05%～0.2%镉含量

分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL镉标准溶液（4.2.9）于一组100 mL容量瓶中，各加入12.5 mL铝溶液（4.2.7）和15 mL盐酸(4.2.4)，以水稀释至刻度，混匀。

4.5.5.1.3 适用于质量分数>0.2%～0.6%镉含量

分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL镉标准溶液（4.2.9）于一组100 mL容量瓶中，各加入2.50 mL铝溶液（4.2.7）和15 mL盐酸(4.2.4)，以水稀释至刻度，混匀。

4.5.5.2在与测量样品溶液相同的条件下，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，分别测量样品溶液和补偿溶液（不加镉标准溶液者）的吸光度，以镉的质量浓度为横坐标，以对应的吸光度（减去补偿溶液的吸光度）为纵坐标，绘制工作曲线。

4.6试验数据处理

镉含量以镉的质量分数*ω*Cd计，按公式(1)计算：

% ……………………(1)

式中：

*ρ* —试料溶液中镉的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ0* —空白溶液中镉的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V1* —试料溶液总体积，单位为毫升（mL）；

*V3*—试料溶液测定体积，单位为毫升（mL）；

*m* —试料质量，单位为克（g）；

*V2*—试料溶液分取体积，单位为毫升（mL）；

所得结果保留两位有效数字。

4.7精密度

4.7.1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和外延法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Cd /% | 0.010 | 0.041 | 0.087 | 0.17 | 0.47 |
| *r*/% | 0.002 | 0.0030 | 0.004 | 0.02 | 0.03 |

4.7.2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和外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Cd/% | 0.010 | 0.041 | 0.087 | 0.17 | 0.47 |
| *R*/% | 0.003 | 0.004 | 0.005 | 0.03 | 0.04 |

5 EDTA滴定法

5.1方法提要

试样用盐酸、双氧水溶解，经氢氧化钠、氨水两次沉淀分离铝、钛、铁、铅、铬、铜、锆、锰等共存元素，在pH 5.5的弱酸性介质中，以PAN为指示剂，用EDTA标准滴定溶液直接滴定镉。

5.2试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.2.1盐酸（*ρ=*1.19 g/mL)。

5.2.2双氧水（*ρ=*1.10 g/mL）。

5.2.3氨水(*ρ=* 0.91 g/mL)。

5.2.4 盐酸（1+1）。

5.2.5 硝酸（1+1）。

5.2.6 氨水（1+1）。

5.2.7 饱和氢氧化钠溶液。

5.2.8 氢氧化钠溶液（150 g/L）。

5.2.9 甲基红（1.0 g/L）。

5.2.10 1-(2－吡啶偶氮）2－萘酚（简称PAN）（1.0 g/L)。

5.2.11 六次甲基四胺缓冲溶液（pH 5.5）：称取150 g六次甲基四胺固体于l000 mL烧杯中，加400 mL水溶解，加入约50 mL盐酸（5.2.1)，调节溶液酸度约为pH 5.5(以pH试纸检查)，用水稀释至500 mL，混匀。

5.2.12 镉标准贮存溶液：称取1.0000 g金属镉（*ω*cd≥99.9995%）于400 mL烧杯中，加入20 mL硝酸溶液（5.2.5），待剧烈反应停止后，加热溶解，煮沸除去氮氧化物，取下冷却。移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 镉。

5.2.13 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液［c(EDTA)=0.005 mol/L］。

5.2.13.1配制：称取1.869 g乙二胺四乙酸二钠（C10H14N2O8Na2·2H2O）于500 mL烧杯中，加入300 mL水，加热溶解，冷却。移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.2.13.2标定：移取三份各10.00 mL（*V*1）镉标准溶液（5.2.12）于三个300 mL锥形瓶中，加入50 mL水、2滴甲基红溶液（5.2.9），用氨水溶液（5.2.6）中和至溶液恰变为黄色，以下按5.4.4.5-5.4.4.6进行。平行标定所消耗EDTA标准滴定溶液（5.2.13）体积（*V2*）的极差应不大于0.10 mL，取其平均值。

按式(2）计算EDTA标准滴定溶液（5.2.13）的实际浓度：

 $C\_{2}=\frac{C\_{1}V\_{1}}{V\_{2}×112.41}$

（2）

式中：

*C2*—EDTA标准滴定溶液（5.2.13）的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*C*1—镉标准贮存溶液（5.2.12）的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*V*1—标定EDTA标准滴定溶液（5.2.13）时移取镉标准溶液（5.2.12）的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2—平行滴定镉标准贮存溶液（5.2.12）所消耗EDTA标准滴定溶液（5.2.13）的体积的平均值，单位为毫升（mL）；

112.41—镉的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

计算结果保留四位有效数字, 数值修约执行GB/T 8170-2008中3.2、3.3条款。

5.3试样

将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

5.4分析步骤

5.4.1试料

称取质量(m0)为1.0 g试样，精确至0.0001 g。

表4 分取体积

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 镉质量分数/% |  | 分取体积（mL）/V3 |
| 3.00-6.00 |  | 50.00 |
| 〉6.00-12.00 |  | 25.00 |

5.4.2平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.4.3空白试验

随同试料做空白试验。

5.4.4测定

5.4.4.1将试料(5.4.1)置于200 mL烧杯中，分两次加入15 mL盐酸（5.2.4），加热溶解。可滴加双氧水（5.2.2)促进溶解，待试料溶解完全继续加热至冒大泡，加入30 mL水，使盐类溶解，取下冷却。

5.4.4.2边搅拌边加入氢氧化钠溶液（5.2.7）至Al(OH)3沉淀溶解，继续过量10 mL，加热煮沸1-2 min，取下稍冷，用定量中速滤纸过滤，沉淀用氢氧化钠溶液（5.2.8）洗涤5-6次。

5.4.4.3用50 mL热盐酸（5.2.4）分5次将沉淀溶解于原烧杯中，然后每次用热去离子水10 mL冲洗滤纸5次。滤液边搅拌边加入50 mL氨水(5.2.3)，加热煮沸1-2 min，取下冷却，移入250 mL容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.4.4将溶液(5.4.4.3)干过滤后，按表4准确移取滤液于300 mL锥形瓶中，加入2滴甲基红溶液（5.2.9），用盐酸（5.2.4）调至溶液由黄色恰变为红色。

5.4.4.5加入10 mL六次甲基四胺缓冲溶液（5.2.11），加热煮沸3 min。

5.4.4.6加入5滴PAN溶液（5.2.10），趁热用EDTA标准滴定溶液（5.2.13）滴定至溶液呈桔红色，补加5滴氨水（5.2.6）溶液变成红色继续滴定至桔红色，反复补加氨水（5.2.6）至溶液不再变红，继续滴定至亮黄色，即为终点。

5.5试验数据处理

镉量以镉的质量分数*ω*Cd计，按式(3)计算：

 $ω\_{Cd}=\frac{C\_{2}(V\_{5}-V\_{4})V\_{0}×112.41}{m\_{0}V\_{3}×1000}×100\%$

（3）

式中：

*C*2—EDTA标准滴定溶液（5.2.13）的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*0—试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*3—分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*4—滴定空白溶液时消耗EDTA标准滴定溶液（5.2.13）的体积，单位为毫升（mL）；

*V*5—滴定试液时消耗EDTA标准滴定溶液（5.2.13）的体积，单位为毫升（mL）；

*m*0一试料的质量，单位为克（g）；

112.41—镉的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

 计算结果保留至小数点后两位，数值修约执行GB/T 8170-2008中3.2、3.3条款。

5.6 精密度

5.6.1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5数据采用线性内插法和外延法求得。

表5 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *W*Cd / % | 3.53 | 4.49 | 9.53 |
| *r* / % | 0.15 | 0.17 | 0.19 |

5.6.2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，在以下给出的平均值范围内，这两个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6数据采用线性内插法求得。

表6 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *W*Cd/ % | 3.53 | 4.49 | 9.53 |
| *R* / % | 0.19 | 0.21 | 0.23 |

6 质量保证和控制

分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a）本部分编号及名称；

b）关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；

c）以适当的形式表达试验结果；

d）试验过程中出现的异常现象；

e）在本部分中没有明确说明或可选择的、可能影响结果的任何操作；

f）试验、审核等相关责任人的签名。