



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.1~14506.28—93

硅酸盐岩石化学分析方法

Methods for chemical analysis of silicate rocks

1993-06-19发布

1994-02-01实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

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

GB/T 14506.24—93

Silicate rocks—Determination of cadmium content
—Hydrochloric acid-potassium iodide-tetraethyl
ammonium bromide(iodide)medium polarographic method

1 主题内容与适用范围

本标准适用于黑云母花岗岩、流纹岩、花岗闪长岩、石英角闪安山岩、橄榄玄武岩、辉长岩、粗安岩、霓霞正长岩、砂岩、页岩以及其他成分相近的硅酸盐岩石中镉的测定。

测定范围:0.05 $\mu\text{g/g}$ 以上的镉。

本标准遵守 GB/T 14505 的规定。

2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 重量法测定吸附水量

3 方法提要

试样用盐酸-硝酸-氢氟酸分解,加入少量高氯酸,蒸发至白烟冒尽以赶去氢氟酸,转化成 2mol/L 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,蒸干赶去硝酸,然后在盐酸-碘化钾-四乙基溴(碘)化铵底液中,测定镉的吸附催化电流。峰电位约为 -0.70V (对饱和甘汞电极)。镉含量在 0.05~1.00 $\mu\text{g}/10\text{mL}$ 之间时,峰高与浓度呈线性关系。

注:在测定条件下,镉的线性范围较宽,上限能达 15 $\mu\text{g}/10\text{mL}$,因硅酸盐岩石中镉的含量极微(均小于 1 $\mu\text{g/g}$),此线性范围已与试样中镉的含量相适应。

4 试剂

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(30%),优级纯。

4.4 盐酸($c(\text{HCl})=2\text{mol/L}$):量取 100mL 盐酸(4.1)置于 600mL 烧杯中,加入 500mL 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($\rho 1.15\text{g/mL}$),优级纯。

4.8 高氯酸($\rho 1.67\text{g/mL}$),优级纯。

国家技术监督局 1993-06-19 批准

1994-02-01 实施

4.9 四乙基溴(碘)化铵溶液(1%)。

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

4.11 抗坏血酸溶液(10%)。用时现配。

4.12 717 型阴离子交换树脂:

4.12.1 树脂的处理:将市售 717 型树脂烘干后,用棒磨碎样机破碎,取 60~80 筛孔和 40~60 筛孔的树脂按 1:1 混合均匀。先用氢氧化钠溶液(4%)浸泡 4h,用倾泻法洗至中性,然后用硝酸(4.6)浸泡 4h,洗至中性备用。

4.12.2 交换柱的装填:取内径为 0.5~0.6cm,长约为 10~12cm 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(4.12.1)倾入柱中使树脂高度达 5~6cm,再在上端塞一团尼龙丝或玻璃纤维,控制流速为每分钟 1.5~2.0mL,用盐酸(4.4)平衡后备用。

4.12.3 交换柱的再生:交换柱使用后,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:

4.13.1 称取 0.114 2g 预先在 700℃灼烧 2h,并置于干燥器中冷却的高纯氧化镉,置于 150mL 烧杯中,加入 20mL 盐酸(4.2)溶解,用水移入 1 000mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 100.0 μg 镉。

4.13.2 移取 25.0mL 镉标准溶液(4.13.1),置于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 5.0 μg 镉。

4.13.3 移取 20.0mL 镉标准溶液(4.13.2),置于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 0.20 μg 镉。

5 仪器

示波极谱仪

参比电极:饱和甘汞电极。

6 试样

6.1 试样粒度应小于 74 μm 。

6.2 试样应在 105℃预干燥 2~4h,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

同一试样,在同一实验室,应由同一操作者在不同时间内进行 2~4 次测定。

7.2 试样量

称取 1.000 0g 试样,精确至 0.000 1g。

7.3 空白试验

随同试样进行双份空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 校正试验

随同试样分析同类型的标准试样。

7.5 测定

7.5.1 试样的分解

将试样(7.2)置于18mL瓷坩埚中,放入高温炉中,从低温升温至550~600℃,保持半小时,取出,冷却。转入50mL聚四氟乙烯烧杯中,用少量水洗涤坩埚,加入15mL盐酸(4.1),盖上表面皿,置于电热板上,加热片刻,加入5mL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1mL左右,加入10mL氢氟酸(4.7)及1mL高氯酸(4.8),低温加热分解试样,蒸发至冒白烟,取下稍冷,再加入5mL氢氟酸(4.7)继续加热至试样分解完全,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8.0mL盐酸(4.2)溶解盐类,需要时可以盖上表面皿加热助溶,加入16mL水使溶液最后酸度为2mol/L。

注:如发现最后的溶液不十分清澈时,可以加入2~4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5mL 60~80℃的热硝酸(4.6)洗提镉共5~6次,用50mL烧杯承接洗提流出液。

7.5.3 在洗提流出液(7.5.2)中加入0.5mL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2mL盐酸(4.2),再蒸干,稍冷。

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

7.5.5 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-0.40V,同时进行工作曲线的极谱测定。从工作曲线上查得相应的镉量。

7.6 工作曲线的绘制

取0.00、0.25、0.50、0.75、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL镉标准溶液(4.13.3),分别置于一组25mL烧杯中,蒸干,以下手续按第7.5.4~7.5.5分析步骤进行。以镉量为横坐标,峰高为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

8.1 按下式计算镉的含量:

$$\text{Cd}(\mu\text{g/g}) = \frac{m_1 - m_0}{m}$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液的镉量, μg ;

m_0 ——从工作曲线上查得试样空白溶液的镉量, μg ;

m ——试样量, g。

8.2 分析结果以 $0.0 \times \times, 0. \times \times, \times. \times \times \mu\text{g/g}$ 表示。

9 精密度

精密度表

水平范围, $\mu\text{g/g}$	重复性 r	再现性 R
0.05~0.65	$r = 0.0102 + 0.1328m$	$R = 0.2926m^{0.7588}$

本精密度数据是在1988~1989年,由五个实验室对十个水平的试样所做的实验中确定的。

附加说明：

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部岩矿测试技术研究所归口。

本标准由地质矿产部南京综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人杨静勤。