

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 555.4—2009  
代替 YS/T 555.4—2006

## 钼精矿化学分析方法 锡量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum concentrate—  
Determination of tin content—Atomic fluorescence spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

YS/T 555《钼精矿化学分析方法》包括 11 个部分：

- YS/T 555.1 钼精矿化学分析方法 钼量的测定 钼酸铅重量法
- YS/T 555.2 钼精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法
- YS/T 555.3 钼精矿化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法和 DDTC-Ag 分光光度法
- YS/T 555.4 钼精矿化学分析方法 锡量的测定 原子荧光光谱法
- YS/T 555.5 钼精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼蓝分光光度法
- YS/T 555.6 钼精矿化学分析方法 铜、铅、铋、锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- YS/T 555.7 钼精矿化学分析方法 氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法
- YS/T 555.8 钼精矿化学分析方法 钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- YS/T 555.9 钼精矿化学分析方法 钾量和钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- YS/T 555.10 钼精矿化学分析方法 铈量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- YS/T 555.11 钼精矿化学分析方法 油和水总含量的测定 重量法

本部分为第 4 部分。

本部分代替 YS/T 555.4—2006《钼精矿化学分析方法 锡量的测定》(原 GB/T 15079.4—1994)。

本部分与 YS/T 555.4—2006 相比主要变化如下：

- 测定方法由水杨基荧光酮-溴化十六烷基三甲铵分光光度法修改为原子荧光光谱法；
- 对文本格式进行了修改，补充了质量保证和控制条款；
- 增加了精密度条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：金堆城钼业集团有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：江西铜业公司(德兴)矿山新技术开发有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司。

本部分主要起草人：张东雯、任娟玲、张江峰、王中歧、张敏。

本部分主要验证人：李红军、吴霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15079.4—1994；
- YS/T 555.4—2006。

## 钼精矿化学分析方法

### 锡量的测定 原子荧光光谱法

#### 1 范围

本部分规定了钼精矿中锡含量的测定方法。

本部分适用于钼精矿中锡含量的测定。测定范围:0.000 3%~0.03%。

#### 2 方法提要

试样经过氧化钠分解,在酸性介质中,四价锡与硼氢化钾作用生成锡的氢化物,并由载气导入石英原子化器中进行原子化,以空心阴极灯为光源,在原子荧光光谱仪上测定锡的荧光强度。在一定范围内,荧光强度与锡含量成正比。

#### 3 试剂

3.1 过氧化钠。

3.2 硫酸(密度 1.84 g/mL),优级纯。

3.3 硫酸(1+3)。

3.4 盐酸(密度 1.19 g/mL),优级纯。

3.5 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 4 g 硼氢化钾溶于 200 mL 氢氧化钠溶液(5 g/L)中,混匀。用时现配。

3.6 酒石酸溶液(80 g/L):称取 8 g 酒石酸溶于 100 mL 水中。

3.7 酚酞指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 酚酞溶于 60 mL 乙醇中,完全溶解后用水稀释至 100 mL。

3.8 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡(99.95%)于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.4),待锡溶解完全后再加入 20 mL 盐酸(3.4),将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 锡。

3.9 锡标准溶液:移取 5 mL 锡标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中,用酒石酸溶液(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu$ g 锡。

#### 4 仪器

原子荧光光度计 附锡空心阴极灯(原子荧光专用)。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——检出限:不大于  $1 \times 10^{-9}$  g/mL;

——精密度:用 0.1  $\mu$ g/mL 的锡标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差不超过荧光强度的 0.5%;

——原子荧光光度计的参考工作条件:灯电流 80 Ma;负高压 260 V;载气流量 400 mL/min;屏蔽气流量 800 mL/min。

#### 5 试样

试样应预先脱去油和水分,其粒度小于 0.090 mm。试样应在 100  $^{\circ}$ C~105  $^{\circ}$ C 烘 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。独立进行两次测定,结果取其平均值。

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 30 mL 镍坩埚中,于 450 ℃~500 ℃高温炉中焙烧 10 min,取出冷却,加入 3 g~4 g 过氧化钠(3.1)搅匀,再用约 2 g 覆盖,于 700 ℃高温炉中熔融 4 min~5 min,取出稍冷,放入盛有大约 30 mL 水的 150 mL 烧杯中浸出熔融物,用水洗净坩埚并将浸出液移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。放置澄清或干过滤。

6.3.2 按表 1 移取试液(6.3.1)和空白试验溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴酚酞指示剂(3.7),用硫酸(3.3)调至红色消失,并继续加入 4 mL 硫酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀,放置 20 min。

表 1

锡的质量分数/%	试液和空白溶液移取量/mL
0.000 3~0.006 0	20.00
>0.006 0~0.012	10.00
>0.012~0.030	4.00

6.3.3 以稀硫酸(1+99)为载液,于原子荧光光度计上测定锡的荧光强度,自工作曲线查出相应锡浓度。

### 6.4 工作曲线的绘制

移取 0 mL,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,2.00 mL,2.50 mL 锡标准溶液(3.9)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 8 mL 硫酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。与试样测定相同的条件,测量标准溶液的荧光强度,以锡浓度( $\mu\text{g/L}$ )为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按式(1)计算锡的质量分数,数值以%表示:

$$w_{\text{Sn}} = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho_1$ ——从标准曲线上查得的试液中锡的量,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_2$ ——从标准曲线上查得的空白溶液中锡的量,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V_0$ ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试样的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果应表示至两位有效数字。

## 8 精密度

### 8.1 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( $r$ )情况不超过 5%。重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得:

锡的质量分数/%:0.000 40 0.005 0 0.030  
重复性限( $r$ )/%:0.000 18 0.000 4 0.004

注:重复性限( $r$ )为 $2.8S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

锡的质量分数/%	允许差/%
0.000 3~0.001 5	0.000 2
>0.001 5~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.010	0.002
>0.010~0.030	0.004

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样代替),每周或每两周校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

\_\_\_\_\_

中华人民共和国有色金属  
行 业 标 准  
钼精矿化学分析方法  
锡量的测定 原子荧光光谱法  
YS/T 555.4—2009

\*

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](http://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 7 千字  
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-20325



YS/T 555.4-2009

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

# www.bzxz.net

免费标准下载网