ICS 73.060

201×-××-××实施

201×-××-××发布

粗锌化学分析方法

第8部分：锡含量的测定

原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of crude zinc—

Part 8:Determination of stannum content—

Atomic fluorescence spectrometry

（送审稿）

(2018-2-11)

ICS.77.120.60

H 13

中华人民共和国工业和信息化部　发布

D 42

|  |
| --- |
|       |

YS/T XXXX.8-201X

前  言

YS/TXXXX《粗锌化学分析方法》分为11个部分：

——第1部分：锌量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第5部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第6部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；

——第7部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；

——第8部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；

——第9部分：锗量的测定 苯芴酮分光光度法；

——第10部分：铟量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第11部分铅、铁、镉、铜、锡、铝、砷、锑、锗、铟量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为YS/T XXX-201X的第9部分。

本标准是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本标准负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

本部分起草单位：华南理工大学、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、广东省韶关市质量计量监督检测所、国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心（安徽）

本部分主要起草人：戴凤英、黄萍、左鸿毅、袁齐、？、 陈殿耿、方迪、曾慧 、李琦 。

**粗锌化学分析方法**

**第8部分：锡量的测定**

**原子荧光光谱法**

**1 范围**

本部分规定了粗锌中锡的测定方法。

本部分适用于粗锌中锡含量的测定。测定范围:0.0015%-0.50%

**2 方法提要**

试样用盐酸、硝酸分解，于30g/L酒石酸-2%盐酸介质中，以硼氢化钾为还原剂，酒石酸-盐酸为载流液。由载气（氩气）将氢化物带入石英原子化器中原子化。于原子荧光光谱仪上测量试料的荧光强度，以标准曲线法计算锡量。

**3 试剂**

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂，所用水均为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1金属锡（ωSn>99.95%)

3.2氢氧化钾(GR)

3.3硼氢化钾(GR)

3.4酒石酸(GR)

3.5盐酸（ρ1.19g/mL）

3.6硝酸（ρ1.42g/mL）

3.7氢氧化钠溶液（500g/L）

3.8 锌基体溶液(10mg/ mL):称取1.0000 g金属锌（ωZn >99.999%,ωSn <0.0001%,），置于250mL烧杯中，加入15mL硝酸（3.6），低温加热至溶解完全，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg锌。

3.9对硝基酚溶液（1g/L））

3.10还原剂（20g/L硼氢化钾+2g/L氢氧化钾溶液）：称取1.0g氢氧化钾(3.2)置于烧杯中，用少量水溶解：称取10.0g硼氢化钾(3.3)放入氢氧化钾溶液中，溶解后用水稀释至500mL,此溶液用时现配。(还原剂配比可根据仪器的生产厂家和型号不同而进行配制).

3.11酒石酸-盐酸溶液（30g/L酒石酸-2%盐酸）：称取30g酒石酸（3.4）溶解于水中，以对硝基酚溶液（3.9）为指示剂，用氢氧化钠溶液（3.7）调节至溶液刚变黄色，用盐酸（3.5）调至恰变无色后，补加盐酸（3.5）20mL，以水定容至1000mL.

3.12锡标准贮存溶液:准确称取0.2000g金属锡（3.1）,于200mL烧杯中，加入25mL盐酸（3.5）,加盖表面皿（最好放置过夜），待锡溶解完全后再加入50mL盐酸（3.5），将溶液转移至1000mL容量瓶中，以水定容，混匀。此溶液1 mL含200ug锡。

3.13锡标准溶液:移取5.00mL锡标准贮存溶液（3.12）在1000mL容量瓶中，补加10mL盐酸（3.5），水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1ug锡。

3.14锡标准溶液:移取25.00mL锡标准贮存溶液（3.13）在100mL容量瓶中，补加10mL盐酸（3.5），水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.25ug锡。

**4 仪器和材料**

4.1原子荧光光谱仪，附锡特种空心阴极灯

——检出限：不大于1ng/mL；

——精密度：用0.01ug/mL的锑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3.0%；

——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0.9。

4.2氩气（>99.99%）：屏蔽气和载气

**5 试样**

将试样剪碎至4mm以下，用磁铁除去加工时人为带入的铁屑，然后过0.450mm筛。筛上筛下分别称重后，备用。

**6分析步骤**

6.1试料

用四分法按筛上、筛下比例称取试料量 2.5000g，精确至0.0001g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

称取2.500g高纯锌（ωZn >99.99%,ωSn <0.0001%,）随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1将试料（6.1）置于300mL烧杯中，吹少量水在试样上,盖上表皿，缓慢加入15mL盐酸（3.5），低温溶解20min左右，加入5mL硝酸(3.6)，于低温处加热使试样溶解至清亮，吹洗表面皿及杯壁，加热煮沸驱除氮氧化物，取下，冷却，用水定容至250mL容量瓶，混匀。按表1分取试液，以酒石酸-盐酸溶液（3.11）定容至刻度，摇匀。

 表1试液分取量及定容体积

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 锡质量分数 /% | 分取体积/mL | 定容体积/mL | 再次分取体积/mL | 再次定容体积/mL | 工作曲线 |
| 0.0015～0.010 | 2 | 50 | / | / | A |
| >0.010～0.05 | 1 | 50 | / | / | B |
| >0.05～0.20 | 10 | 100 | 2 | 50 | C |
| >0.20～0.50 | 2 | 100 |

6.4.2将仪器调整至最佳工作条件，在还原剂（3.10）和载流（3.11）的带动下，在原子荧光光谱仪上测量试液的荧光强度，从对应的工作曲线上查出锡的质量浓度。

6.5工作曲线的绘制

6.5.1 工作曲线A：分别准确移取0mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL锡标准工作溶液（3.14）置于一组50mL容量瓶中，分别加入2.0 mL锌基体溶液（3.8），以酒石酸-盐酸溶液（3.11）定容至刻度，摇匀。该标准溶液所对应的锡的浓度为0、5.00μg/L、10.00μg/L、20.00μg/L、30.00μg/L、40.00μg/L。

在与测量试液（6.4.2）相同条件下，测量系列标准溶液的荧光强度，减去“零”浓度溶液的荧光强度，以锡的质量浓度为横坐标，相应的荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线A。

6.5.2 工作曲线B：分别准确移取0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL锡标准工作溶液（3.13）置于一组50mL容量瓶中，分别加入1.0 mL锌基体溶液（3.8），以酒石酸-盐酸溶液（3.11）定容至刻度，摇匀。该标准溶液所对应的锡的浓度为0、20.00μg/L、40.00μg/L、60.00μg/L、80.00μg/L、100.00μg/L。

在与测量试液（6.4.2）相同条件下，测量系列标准溶液的荧光强度，减去“零”浓度溶液的荧光强度，以锡的质量浓度为横坐标，相应的荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线B。

6.5.3工作曲线C：分别准确移取0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL锡标准工作溶液（3.13）置于一组50mL容量瓶中，以酒石酸-盐酸溶液（3.11）定容至刻度，摇匀。该标准溶液所对应的锡的浓度为0、20.00μg/L、40.00μg/L、60.00μg/L、80.00μg/L、100.00μg/L。

在与测量试液（6.4.2）相同条件下，测量系列标准溶液的荧光强度，减去“零”浓度溶液的荧光强度，以锡的质量浓度为横坐标，相应的荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线C。

**7. 分析结果的计算**

锡含量以锡的质量分数wSn计，数值以%表示，按公式（1）计算：

 　

………..(1)

*W*Sn（%）=

式中：

*ρ*—— 自工作曲线上查得的锡的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ0* ——自工作曲线上查得的空白溶液中锡的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V0* ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1* ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V3* ——二次分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V2* ——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V4* ——二次定容体积，单位为毫升（mL）；

*m0* ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位有效数字。

**7 精密度**

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或外延法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Sn /%  | 0.00151  | 0.0090  | 0.054  | 0.17  | 0.36  |
| *r/* % | 0.00022 | 0.0015 | 0.004 | 0.019 | 0.031 |

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或外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Sn /% | 0.00151  | 0.0090  | 0.054  | 0.17  | 0.36  |
| *R*/ % | 0.0004 | 0.0017 | 0.006 | 0.023 | 0.034 |

**8 试验报告**

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/T xxxx.8-201x）；

——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。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_