**粗锡化学分析方法**

**锑量的测定**

**编制说明**

**广东省工业分析检测中心**

**2019年9月**

粗锡化学分析方法

第5部分：锑量的测定 原子吸收法

　编制说明（征求意见稿）

一、工作简况（包括任务来源、协作单位、主要工作过程）

1、立项目的

锡是有色金属资源中紧缺品种。长期以来，我国每年需进口大量锡及锡制品（含锡精矿），同时，我国也是世界上最大的锡生产国。锡产能布局具有地域高度集中特性，主要分布在云锡和华锡几大生产企业，其他为数众多的中小企业产能仅占30%左右。

粗锡是冶炼精锡的原料。粗锡冶炼精锡有火法冶金和湿法冶金（电解）两种方法。其中，因为火法冶金的生产能力高，金属不会长期停滞在生产过程中，积压的锡量少，特别是新的除杂技术与设备的使用与投入，使火法冶炼成为主流。目前，我国冶炼精锡整体技术装备水平不高，因为原料的来源与成分、精矿冶炼前的处理作业及处理的工艺流程等，各冶炼厂生成的粗锡成分波动范围很大。而各冶炼厂粗锡所含杂质不同，生产规模不同，以及原材料供应和设备条件不同，火法冶炼的工艺与品控也不一样。

粗锡中常见的杂质有铅、铜、铋、锑、铁等。这些杂质对锡的冶炼工艺和锡的性质影响很大。冶炼工艺从很大程度上决定了有价金属的回收率和环保水平。因此，准确检测出粗锡中锡及杂质元素的含量对生产工艺及最后成品精锡都有重要的作用，而且，根据杂质含量的不同，生产厂家还能提高原料的综合利用率并减轻对环境的污染。

根据全国有色金属标准化技术委员会《2018年第一批有色金属行业标准项目计划表》文件精神，《粗锡化学分析方法第5部分：锑量的测定 原子吸收法》由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由广东省工业分析检测中心负责，项目计划编号为2018-0553T-YS，完成时间为2020年。

2 项目编制工作组单位简介

2.1广东省工业分析检测中心

广东省工业分析检测中心是我国南方从事金属材料、冶金产品、化工产品、再生资源质量检测、欧盟环保（RoHS）指令的有害物质检测、金属材料综合利用检测与咨询、评价以及分析测试技术研究的专业机构。先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院（广州有色金属研究院），2015年12月经广东省机构编制委员会批准成为广东省科学院属下的独立事业法人单位。中心是一个检测设备配套齐全、检测技术完备、人员结构合理、管理科学的检测机构。近十年来获得省部级科技进步奖20项。累计申请专利15件，其中授权发明专利5件、授权实用新型专利2件。承担国家、省级各类项目50余项，主持和参与国家、行业标准300余项，发表专著5部，发表论文300余篇。

该单位为本标准的主编单位，负责该标准项目的调研、资料收集和制定试验方案，负责具体的试验，技术参数的确定以及标准资料的编写、上报等工作。

2.2 鲅鱼圈检验检疫局技术中心

\*\*\*\*\*\*

2.3有研工程技术研究院有限公司

\*\*\*\*\*\*

2.4天津出入境检验检疫局化矿金属材料检测中心

\*\*\*\*\*\*

2.5 昆明冶金研究院

\*\*\*\*\*\*

2.6西安汉唐分析检测有限公司

西安汉唐分析检测有限公司是西北有色金属研究院（集团）下属的第三方检测机构。1965年成立至今，公司已在西安宝鸡两地三区建成标准化实验室，检测面积10000余平方米，设备200余台（套），设备资产上亿元。现有员工124名，其中技术人员70余名（教授8名，高级工程师32名，注册计量师10名）。公司是国内最大的钛合金检测机构、国内最全面的金属复合材料检测机构、国内唯一核电堆芯材料的检测机构、金属材料全领域检测机构。公司是中国有色金属工业西北质量监督检验中心、陕西省有色金属产品质量监督检验站、陕西省有色金属材料分析检测与评价中心、陕西省核工业用金属材料检测与评价服务平台、稀有金属检测信息化管理及共享平台、稀有金属材料安全评估与失效分析中心、工业（稀有金属）产品质量控制和技术评价实验室的主体单位，同时被国家质量监督检验检疫总局确定为钛及钛合金加工产品、铜及铜合金管材生产许可证检验机构实施单位，先后通过国家认证认可监督委员会(CMA)、中国合格评定国家认可委员会(CNAS)和国防科技工业实验室认可委员会(DILAC)认证，是由政府部门授权、具有法定第三方公正地位的产品质量检验机构。

该单位积极参加编制组各次工作会议，参加方法的验证，及时准确的提供了试验数据，及本部分所需的相关统计数据，在编制组中发挥了重要作用。

2.7中国检验认证集团广西有限公司

\*\*\*\*\*\*

2.8福建紫金矿冶测试技术有限公司

\*\*\*\*\*\*

3 主要工作过程（征求意见过程，讨论会情况）和工作内容

3.1调研

从项目申报开始，广东省工业分析检测中心就组建了《粗锡化学分析方法第5部分：锑量的测定 原子吸收法》起草项目组，由长期负责标准制修订的、具有丰富工作经验高工担任组长，带领数名高级工程师、工程师进行项目研究。在立项阶段，项目组就开始广泛进行调研，充分查阅国内外粗锡的相关资料及企业、用户、检测机构的相关要求，征集关于粗锡中锑的测定要求、测定范围、测定方法。

调研工作从粗锡的生产企业和用户两个方面进行。标准编制小组征集粗锡中锑的测定要求和测定范围，通过调研得知，作为非常重要的有色产品，云南锡业股份有限公司和广西华锡集团股份有限公司两大锡生产基地均有大量的粗锡原料，国内各检测机构每年都会接到大量粗锡的委托检验。因为没有相应的标准方法，经过调研，发现各冶炼厂家和检测机构大都参照GB/T 1819-2004《锡精矿化学分析方法》、GB/T 10574-2003《锡铅焊料化学分析方法》并结合自己的经验进行检验。但是由于元素和含量存在较大的差异，实验室采用各自的方法进行检测，数据争议在所难免。因此，也有必要建立公认的、准确的检验方法，以规范检验过程，满足市场的需求。

粗锡中锑的含量为0.080%~8.00%。其中0.05%~5.00%决定采用原子吸收法进行测定。该方法简单、快速、干扰少，结果准确。

**3.2工作会议情况**

**3.2.1 任务落实会**

2018年7月26~27日，全国有色金属标准化技术委员会在黑龙江省哈尔滨市召开了《粗锡化学分析方法》起草第一次工作会议，会上，各方法编制组介绍了《粗锡化学分析方法》前期的调研结果和通过调研确定的《粗锡化学分析方法》起草思路。与会专家同意了《粗锡化学分析方法》中各元素的检测方法和检测范围。

《粗锡化学分析方法第5部分：锑量的测定 原子吸收法》由广东省工业分析检测中心、鲅鱼圈检验检疫局技术中心、有研工程技术研究院有限公司、天津出入境检验检疫局化矿金属材料检测中心、昆明冶金研究院、西安汉唐分析检测有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司共同进行起草工作。

二、标准的编制原则

1、符合性：该标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则第4部分：试验方法标准》的要求对本部分进行了编写。

2、合理性：以满足我国粗锡产品实际生产和使用的需要为原则，与实际相结合，提高标准的适用性。反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置，提高了标准的可操作性。

3、先进性：该方法操作简便，系统稳定，工作效率高，精密度和准确度好，能很好地满足产品的需要。

# 确定标准主要内容的依据

原子吸收法具有测定结果准确度高、操作简便等特点，目前被国内外实验室广泛采用。通过对原子吸收法测定粗锡中锑量方法的测定条件和测定方法进行系统研究，并确定方法的准确度及精密度，最终形成了行业标准。主要内容如下：

1仪器性能指标

1.1灯电流的选择

 固定波长217.6nm、狭缝宽度0.2nm、乙炔流量2.5L/min，空气流量10L/min，改变灯电流，测量吸光度，结果见表1。

表1 灯电流的选择

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 灯电流，mA | 10 | 20 | 25 | 30 | 40 |
| 1.00μg/mL锑吸光度，A | 0.032 | 0.029 | 0.028 | 0．025 | 0.019 |
| RSD，% | 1.25 | 0.80 | 0.88 | 0.92 | 1.84 |

从表1可知，灯电流越小，吸光度越高，这是因为灯电流小，灯发射的谱线的多普勒变宽和自吸收效应减小，元素灯发射线半宽变窄，吸收灵敏度增高。但是灯电流太小，元素灯放电不稳，当使用较低的灯电流时，为了保证必要的信号输出，则需增加负高压，这将引起噪声增加，使信噪比变坏，读数不稳定，测定精密度变差。从三次平行测定的结果看，灯电流为20mA时，读数比较稳定，所以选择灯电流为20mA。

1.2狭缝宽度的选择

固定波长217.6nm、灯电流20mA、乙炔流量2.5L/min，空气流量10L/min，改变狭缝宽度，测量吸光值，结果见表2。

表2 狭缝宽度的选择

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 狭缝宽度，mm | 0.20 | 0.70 | 2.00 |
| 1.00μg/mL锑吸光度，A | 0.029 | 0.029 | 0.030 |

由表2可以看出：狭缝宽度为0.20~2.00nm时，吸光度变化不大，实验选择狭缝宽度为0.2nm。

1.3乙炔流量的选择

固定波长217.6nm、狭缝宽度0.2nm、灯电流20mA，空气流量10L/min，改变乙炔流量，测量吸光值，结果见表3。

表3 乙炔流量的选择

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 乙炔流量，L/min | 2.00 | 2.25 | 2.50 | 2.75 | 3.00 |
| 1.00μg/mL锑吸光度，A | 0.029 | 0.029 | 0.031 | 0.034 | 0.038 |
| RSD，% | 1.02 | 0.95 | 0.75 | 1.27 | 1.27 |

由表3可以看出，乙炔流量为2.00~3.00L/min时，吸光度值随着乙炔流量增大而增加，乙炔流量为2.50L/min时，读数比较稳定，选择乙炔流量为2.50L/min。

1.4综合选择

通过上述实验，确定锑测定的最佳仪器条件，结果见表4。

表4 最佳仪器条件

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 波长（nm） | 灯电流（mA） | 乙炔流量(L/min) | 狭缝宽度（nm） | 空气流量(L/min) |
| Sb | 217.6 | 20 | 2.50 | 0.20 | 10 |

原子吸收光谱仪，经调到最佳状态后，应满足下列性能要求，才适合工作。

1.5工作曲线线性考察

表5 工作曲线测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Sbug/mL | 0 | 1.00 | 2.00 | 3.00 | 4.00 | 5.00 | 6.00 | 7.00 | 8.00 |
| 吸光度A | 0.0000 | 0.029 | 0.058 | 0.085 | 0.117 | 0.143 | 0.168 | 0.196 | 0.222 |

工作曲线线性方程式为：y=0.027x+0.002；线性相关系数：R2=0.9990。标准曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值0.044与最低段的吸光度差值0.046之比是0.96，大于要求的0.7。

1.6检出限

 用试剂空白溶液喷雾，在1min左右的时间记录11次吸光度（用分析用水调零）计算标准偏差，另一标准溶液*ρ*=1.00 µg/mL，同时测定其吸光度，结果见表6。

表6检出限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 类别 | 吸光度 | 标准偏差 | 检出限 |
|  | 0.0008 0.0014 0.0003 -0.00060.0010 0.0000 0.0000-0.00090.0012-0.0008 0.0010 | 0.0008 | D=$\frac{c×3s}{A}=\frac{1.00×3×0.0008}{0.029}$=0.082µg/mL |
| 锑标液1.00µg/mL | 0.029 | / |

1.7特征浓度

在与测量溶液的基体相一致的溶液中，锑的特征质量浓度不大于0.15µg/mL。测量数据见表7。

表7特征质量浓度

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 类别 | 吸光度 | 特征质量浓度µg/mL |
| 锑空白 | 0.000 | $$\frac{Δc×0.0044}{ΔΕ}=\frac{1.00×0.0044}{0.029}=0.15$$ |
| 锑标液1.00µg/mL | 0.029 |

1.8精密度的最低要求

用最高浓度的标准溶液测11次吸光度，其标准偏差不超过平均吸光度的1.0%；用最低浓度的标准溶液测11次吸光度，其标准偏差不超过最高标准溶液平均吸光度的0.5%。测定数据见表8。

表8标准溶液的精密度实验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 类别 | 吸光度 | 平均值 | 标准偏差 | 性能要求值 | 符合否 |
| 锑标液1.00µg/mL | 0.029 0.029 0.0290.029 0.0280.027　0.029 0.029 0.029 0.0290.028 | 0.029 | 0.00067 | 0.0011 | 符合 |
| 锑标液8.00µg/mL | 0.222 0.220 0.225 0.222 0224 0.221 0.223 0.222 0.223 0.221 0.223 | 0.222 | 0.0014 | 0.0022 | 符合 |

2 样品溶解试验

对YT84#号样品进行了四个方案的溶解试验：A、7mLHCl B、7mLHCl +1mLHNO3 C、7mLHCl+3mLHNO3 D、7mLHCl+5mLHNO3。结果见表9。

表9样品溶解试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 方案 | A | B | C | D |
| 现象 | 溶解不完全，有黑色不溶物 | 溶解完全 | 溶解完全 | 溶解完全 |

B、C、D、三个方案能溶解完全，综合考虑，选用c方案。

2.1不同浓度的王水对粗锡中锑测定的影响

选择锑含量最高的YT84#号样品，在分取后的待测溶液中分别加入10 mL、20 mL、30 mL、40 mL王水（1+1），用水定容，混匀，按实验步骤进行测定。结果表明：20%以内的王水对测定结果均无影响。本实验选用20 mL王水（1+1）作为测定酸度。

表10不同浓度王水对锑测定的影响

|  |  |
| --- | --- |
| 王水（1+1）加入量（mL） | YT84#中Sb的测定值 |
| 10  | 4.87 |
| 20  | 4.72 |
| 30  | 4.83 |
| 40  | 4.85 |

2.2锡基体干扰试验

分别称取约0.10g、0.20g、0.30g、0.40g、0.50g的纯锡（99.99%），按实验方法进行溶解，加入1mL100ug/mL锑标准溶液，定容至100mL容量瓶中，按实验步骤进行测定，结果见表11。

表11锡基体干扰试验

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 纯锡/g | 0 | 0.10 | 0.20 | 0.30 | 0.40 | 0.50 |
| 吸光度A | 0.029 | 0.029 | 0.030 | 0.035 | 0.042 | 0.048 |

由表11可知，在100mL体积溶液中含0.2g以内的锡，测量的吸光度基本不变，当锡的加入量大于0.2g时，随着锡加入量的增大对锑的测定有正干扰。综合考虑，确定试样称样量为0.20g。

3 共存元素干扰试验

粗锡中已知元素及其最大含量如下：Sn99%、Pb40%、Fe6%、Cu5%、Bi10%、As5%、In0.1%、 Ni1.7%、Cd0.15%、Ag5000g/t、Au300g/t。加入相当0.20g试样中可能存在的干扰元素最大量，考察共存元素对锑质量浓度为1.00 ug/mL测定的影响，进行干扰试验。结果见表12。

表12共存元素干扰试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 共存元素含量mg  |  | Sn | Pb | Fe | Cu | Bi | As | In | Ni | Cd | Ag | Au | 上述混合杂质元素 |
| 0 | 198 | 80 | 12 | 10 | 20 | 10 | 0.2 | 3.4 | 0.3 | 1 | 0.06 | 按以上量加入 |
| 吸光度A | 0.029 | 0.030 | 0.029 | 0.030 | 0.029 | 0.029 | 0.029 | 0.029 | 0.029 | 0.030 | 0.029 | 0.029 | 0.030 |

结果表明：存在的干扰元素最大量对锑的测定均无影响。

4回收率

称取YT92#号样品，分别加入1.00mL、2.00mL锑标准溶液（1mg/mL），按本方法的分析步骤进行加标回收试验，结果见表13。

表13加标回收试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| YT92#/g | 样品含锑量/mg | 加入锑量/mg | 测得锑量/ug | 回收率% |
| 0.2046 | 3.72 | 1.00 | 4.77 | 101.06 |
| 0.2004 | 3.65 | 2.00 | 5.64 | 99.82 |

5 精密度

样品精密度试验结果见表14。

表14 样品精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 测得锑的质量分数/% | 平均值/% | SD | RSD% |
| YT54# | 2.83 | 2.84 | 2.82 | 2.83 | 2.84 | 0.017 | 0.60 |
| 2.86 | 2.87 | 2.84 | 2.86 |
| 2.83 | 2.82 | 2.83 | ---- |
| 31A# | 4.75 | 4.68 | 4.69 | 4.70 | 4.73 | 0.038 | 0.80 |
| 4.72 | 4.73 | 4.80 | 4.77 |
| 4.69 | 4.73 | 4.76 | ---- |
| YT92# | 1.79 | 1.83 | 1.88 | 1.76 | 1.82 | 0.038 | 2.11 |
| 1.89 | 1.82 | 1.84 | 1.83 |
| 1.82 | 1.79 | 1.80 | ----- |
| YT97# | 0.45 | 0.46 | 0.45 | 0.47 | 0.47 | 0.013 | 2.76 |
| 0.48 | 0.49 | 0.45 | 0.46 |
| 0.46 | 0.45 | 0.48 | ----- |
| YT99# | 0.077 | 0.073 | 0.074 | 0.077 | 0.075 | 0.0013 | 1.77 |
| 0.076 | 0.074 | 0.075 | 0.074 |
| 0.075 | 0.076 | 0.076 | ----- |

以上试验结果表明：试料用盐酸、硝酸溶解，在王水介质中，用原子吸收光谱仪测定锑， 该方法的灵敏度高、干扰少，快速准确，加标回收率在99.82％～101.06％之间，精密度好，适用于粗锡中锑量的测定，可作为有色金属行业标准方法推广使用。

6硫酸铈滴定法

6.1 称样量、硫酸用量的选择

 分别称取1.0000g和0.5000粗锡样品（编号YT84、YT57、YT58、YT61），按照试验方法进行样品前处理，发现称取1.0000g时部分样品冒硫酸烟时出现迸溅，称取0.5000g时则 没有迸溅现象。

 称取0.5000g粗锡样品YT58多份，加入硫酸量分别为20mL、25mL、30mL、35mL按照试验方法进行操作，发现加入20mL硫酸时偶尔会有迸溅现象，滴定终点易于判断；加入25mL硫酸时，无异常；加入30mL硫酸时，无迸溅但滴定终点突变不敏锐；加入35mL硫酸时，无迸溅但滴定终点难判断。

 综上，样品称样量选择为0.5000g，硫酸用量为25mL。

6.2 盐酸用量的选择

 称取0.5000g粗锡样品（编号YT84、YT57、YT58、YT61），按照试验方法操作，加热近沸前分别加入30mL盐酸（1.3）或30mL盐酸（1.5），滴定结果含量一致。4个粗锡样品滴定时均未出现铅沉淀。在做铅干扰试验时，0.2g的铅30mL盐酸（1+1）出现了少量沉淀，而加浓盐酸的未出现沉淀。

 硫酸铈滴定锑量，盐酸的酸度只要在12%以上就可，因此选择盐酸（1+1）30mL。如果加热至80℃-90℃时，仍有沉淀出现，可改用30mL浓盐酸。

6.3 元素干扰试验

 依据云锡等单位提供的调查结果，粗锡中其他主要存在元素及含量范围见表1。干扰试验时移取的溶液可以用相应元素的高纯金属（*ω*≥99.99%）或高纯氧化物（*ω*≥99.99%）配制。

**表1 粗锡中其他主要存在元素及含量范围**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Sn | Pb | Cu | Bi | Fe | As | Ni |
| 含量，% | 54-99 | 0.14-40 | 0.08-5 | 0.04-10 | 0.05-6 | 0.05-5 | 0.008-1.7 |

6.3.1 锡的干扰试验

 称取金属锑（1.8），同时称取金属锡（*ω*Sn≥99.99%），按试验方法操作，结果见表2。

**表2 锡的干扰试验**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 锡量(mg) | 270 | 270 | 475 | 425 |
| 称取锑量(mg) | 24.8 | 75.1 | 25.0 | 75.3 |
| 回收锑量(mg) | 24.7 | 75.3 | 25.2 | 75.1 |
| 回收率（%） | 99.6 | 100.3 | 100.8 | 99.7 |

 试验结果表明，0.475g以下锡存在时，锑的回收率在99.6%～100.8%，说明不干扰锑的测定。

6.3.2 铅的干扰试验

 称取金属锑（1.8），同时移取硝酸铅溶液或称取金属铅（*ω*Pb≥99.99%），按试验方法操作，结果见表3。

**表3 铅的干扰试验**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铅量(mg) | 0.70 | 0.70 | 200 | 200 |
| 称取锑量(mg) | 24.6 | 75.3 | 25.2 | 75.0 |
| 回收锑量(mg) | 24.7 | 75.0 | 25.0 | 75.1 |
| 回收率（%） | 100.4 | 99.6 | 99.2 | 100.1 |

试验结果表明，0.2g以下铅存在时，锑的回收率在99.2%～100.4%，说明不干扰锑的测定。

6.3.3 砷的干扰试验

 称取金属锑（1.8），同时移取亚砷酸钠溶液，按试验方法操作，结果见表4。

**表4 砷的干扰试验**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 砷量(mg) | 0.25 | 0.25 | 25 | 25 |
| 称取锑量(mg) | 25.2 | 74.8 | 25.2 | 75.5 |
| 回收锑量(mg) | 24.9 | 74.7 | 25.4 | 75.1 |
| 回收率（%） | 98.8 | 99.9 | 100.8 | 99.5 |

 试验结果表明，0.025g以下砷存在时，锑的回收率在98.8%～100.8%，说明不干扰锑的测定。

6.3.4 铜的干扰试验

 称取金属锑（1.8），同时移取硝酸铜溶液，按试验方法操作，结果见表5。

**表5 铜的干扰试验**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铜量(mg) | 0.40 | 0.40 | 25 | 25 |
| 称取锑量(mg) | 24.7 | 74.7 | 25.3 | 75.2 |
| 回收锑量(mg) | 24.9 | 74.5 | 24.9 | 75.1 |
| 回收率（%） | 100.8 | 99.7 | 98.4 | 99.9 |

 试验结果表明，0.025g以下铜存在时，锑的回收率在98.4%～100.8%，说明不干扰锑的测定。

6.3.5 铋的干扰试验

 称取金属锑（1.8），同时移取硝酸铋溶液，按试验方法操作，结果见表6。

**表6 铋的干扰试验**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铋量(mg) | 0.20 | 0.20 | 50 | 50 |
| 称取锑量(mg) | 24.7 | 75.1 | 25.3 | 75.0 |
| 回收锑量(mg) | 24.7 | 75.0 | 25.2 | 75.1 |
| 回收率（%） | 100.0 | 99.9 | 99.6 | 100.1 |

 试验结果表明，0.05g以下铋存在时，锑的回收率在99.6%～100.1%，说明不干扰锑的测定。

6.3.6 镍的干扰试验

 称取金属锑（1.8），同时移取硝酸镍溶液，按试验方法操作，结果见表7。

**表7 镍的干扰试验**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 镍量(mg) | 0.04 | 0.04 | 8.50 | 8.50 |
| 称取锑量(mg) | 24.9 | 75.0 | 25.9 | 75.2 |
| 回收锑量(mg) | 24.9 | 74.8 | 26.3 | 75.4 |
| 回收率（%） | 100.0 | 99.7 | 101.5 | 100.3 |

 试验结果表明，0.0085g以下镍存在时，锑的回收率在98.4%～101.5%，说明不干扰锑的测定。

6.3.7 铁的干扰试验

 称取金属锑（1.8），同时移取硝酸铁溶液，按试验方法操作，结果见表8。

**表8 铁的干扰试验**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铁量(mg) | 0.25 | 0.25 | 30 | 30 |
| 称取锑量(mg) | 24.7 | 75.1 | 24.7 | 75.7 |
| 回收锑量(mg) | 24.4 | 74.9 | 25.0 | 76.0 |
| 回收率（%） | 98.8 | 99.7 | 101.2 | 100.4 |

 试验结果表明，0.03g以下铁存在时，锑的回收率在98.8%～101.2%，说明不干扰锑的测定。

6.3.8 综合干扰试验

 称取金属锑（1.8），加入共存元素（加入量为单元素干扰试验中最大值），按试验方法操作，进行综合干扰试验，结果见表9。

**表9 综合干扰试验**

|  |  |
| --- | --- |
| 各干扰元素加入量(mg) | Sn475、Pb200、As25、Cu25、Bi50、Ni8.5、Fe30 |
| 称取锑量(mg) | 27.3 | 28.5 | 75.0 | 76.3 |
| 回收锑量(mg) | 27.4 | 27.7 | 74.7 | 76.9 |
| 回收率（%） | 100.4 | 97.2 | 99.6 | 100.8 |

 试验结果表明，粗锡中Sn475mg、Pb200mg、As25mg、Cu25mg、Bi50mg、Ni8.5mg、Fe30mg等大量元素共存时，锑的回收率在97.2%～100.8%，说明共存元素在所加量以下时，不干扰锑的测定。

6.4 精密度实验

 称取0.5000g粗锡样品，按照试验方法进行操作，进行精密度实验。

**表10 精密度实验**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | YT84 | YT57 | YT58 | YT61 |
| 测定值% | 1 | 4.88 | 6.10 | 7.35 | 15.16 |
| 2 | 4.91 | 5.92 | 7.32 | 14.98 |
| 3 | 4.75 | 5.96 | 7.47 | 14.78 |
| 4 | 4.81 | 5.83 | 7.41 | 14.86 |
| 5 | 4.84 | 6.08 | 7.42 | 15.05 |
| 6 | 4.85 | 6.00 | 7.41 | 15.11 |
| 7 | 4.87 | 5.89 | 7.56 | 14.86 |
| 平均值，% | 4.84 | 5.97 | 7.42 | 14.97 |
| 标准偏差，% | 0.0522 | 0.0987 | 0.0787 | 0.1429 |
| RDS，% | 1.08 | 1.65 | 1.06 | 0.95 |

6.5 加标回收实验

 称取0.5000g粗锡样品，并且准确加入一定量的金属锑（1.8），按照试验方法进行操作，进行加标回收实验，结果见表11。

**表11 加标回收实验**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | YT84 | YT57 | YT58 | YT61 |
| 已知锑量（mg） | 24.20 | 29.85 | 37.10 | 74.85 |
| 加入锑量（mg） | 25.6 | 24.3 | 30.1 | 29.8 | 37.5 | 36.9 | 75.0 | 74.7 |
| 测得锑量（mg） | 49.6 | 48.9 | 60.0 | 60.1 | 74.8 | 73.6 | 150.2 | 149.3 |
| 加标回收率（%） | 99.2 | 101.6 | 100.2 | 101.5 | 100.5 | 98.9 | 100.5 | 99.7 |

 4个样品的回收率在98.9%～101.6%，可见能满足分析测试要求。

**四、标准水平分析**

本标准采用原子吸收法测定粗锡中锑量，操作简便，分析结果准确、可靠，分析设备成本低，便于推广应用，与现有标准及制定中的标准无重复交叉情况。经检索，目前国际常用的ISO、ASTM、JIS、BS中均没有粗锡中锑量的检测标准。本标能够准满足现有的产品标准要求，能够与其他国家标准、行业标准互为补充、衔接配套。填补了国内标准的空白，有一定的前瞻性和创新性。

**五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系**

本标准所规定的内容，完全满足相关国家法律、法规和强制性国家标准要求。

**六、重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

**七、标准作为强制性或推荐性的建议**

建议本标准为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

**八、废止现行有关标准的建议**

无

《粗锡化学分析方法第5部分：锑量的测定》标准编制组

2019-09