

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

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 油和水分总含量的测定 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 μg 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 μg 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 1×10^{-9} g/mL;

——精密度:用 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$ 烘 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。