ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.10—2000

锌精矿化学分析方法 锡量的测定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of tin content

2000-02-16 发布　　2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前　言

本标准采用两种化学分析方法测定锌精矿中锡量。方法1“氢化物发生-原子荧光光谱法测定锡量”为新方法。鉴于原子荧光光谱仪目前尚未普及，方法2继续保留原方法“锌精矿化学分析方法　苯芴酮分光光度法测定锡量”，推荐“氢化物发生-原子荧光光谱法测定锡量”作为仲裁检验方法。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993　标准化工作导则　第1单元：标准的起草与表述规则　第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988　标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978　冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987　冶金产品化学分析　分光光度法通则

GB/T 17433—1998　冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，同时代替GB/T 8151.10—1987。

本标准的附录A为提示的附录。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂起草。

本标准方法1主要起草人：李合庆、周　伟；方法2主要起草人：宿广裕、张贻珍、赵秀娟、崔安芳。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法 锡量的测定

GB/T 8151.10—2000

代替 GB/T 8151.10—1987

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of tin content

方法1 氢化物发生-原子荧光光谱法测定锡量

1 范围

本标准规定了锌精矿中锡含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中锡含量的测定。测定范围：0.003 0%～0.50%。

2 方法提要

试料用碳酸钠、过氧化钠熔融分解。用盐酸浸出，在氢化物发生器中，锡被硼氢化钾还原为氢化物，用氩气导入石英炉原子化器中，于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+49)。

3.5 硫酸(1+9)。

3.6 硼氢化钾溶液(20 g/L)：10.0 g 硼氢化钾溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(5 g/L)中，当日配制。

3.7 锡标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯锡粉(≥99.9%)于 250 mL 烧杯中，加 5 mL 硫酸(ρ1.84 g/mL)。加热溶解并蒸至冒三氧化硫白烟，冷却后，加 5 mL 硫酸(1+9)，加热使盐类溶解，冷却后，移入 1 000 mL容量瓶中，用硫酸(1+9)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锡。

3.8 锡标准溶液：移取 5.00 mL 锡标准贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中，加入 75 mL 盐酸(ρ1.19 g/mL)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 锡。

4 仪器

原子荧光光谱仪，附锡特制高强度空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标的原子荧光光谱仪均可使用：

检出限：不大于 1 ng/mL。

精密度：最高浓度标准溶液荧光强度及"零"浓度溶液荧光强度相对于最高浓度标准溶液荧光强度平均值的变异系数应分别不大于 5.0%和 1.0%。

工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值之

国家质量技术监督局 2000-02-16 批准　　2000-08-01 实施

比，应不小于0.90。

仪器工作条件见附录A(提示的附录)。

5 试样

5.1 样品应通过0.100 mm孔筛。

5.2 样品预先在105℃±5℃烘1 h，置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表1称取试料，精确至0.000 1 g。

表1

锡含量 %	试料量 g	试液总体积 mL	补加盐酸 mL	分取试液体积 mL	测定溶液体积 mL	补加盐酸 mL
0.003～0.010	0.200	100	10.0	20.00	100	2.0
>0.010～0.050	0.200	100	10.0	10.00	100	3.0
>0.050～0.100	0.200	100	10.0	5.00	100	3.5
>0.100～0.500	0.100	200	20.0	10.00	250	9.0

独立地进行二次测定，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 于30 mL高铝坩埚底部铺上1 g无水碳酸钠，3 g过氧化钠，加入试料(6.1)，再加1 g过氧化钠覆盖在上面，置于马弗炉中，缓慢升温至650℃熔融10 min，取出冷却，移入预先盛有30～40 mL水的300 mL烧杯中，加热浸出，稍冷，用盐酸中和至溶液刚透明，然后按表1试液总体积补加盐酸并移入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.3.2 按表1分取试液，并按测定溶液体积补加盐酸(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。

6.3.3 在原子荧光光谱仪上，以盐酸(3.4)为载流，硼氢化钾溶液为还原剂，随同试料的空白溶液溶液为参比，测量其荧光强度。从工作曲线上查得相应的锡浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL锡标准溶液分别于一组100 mL的容量瓶中，分别补加100、90、85、70、50、40、25 mL盐酸(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 在与测定溶液相同的条件下，以盐酸(3.4)为载流，硼氢化钾溶液为还原剂，试剂空白为参比，测量标准溶液的荧光强度。以锡浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算锡的百分含量：

$$\mathrm{Sn}(\%)=\frac{c\cdot V_0\cdot V_2\times 10^{-9}}{m_0\cdot V_1}\times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：c——自工作曲线上查得的锡浓度，ng/mL；

V_0——试液的总体积，mL；

V_1——分取试液的体积，mL；

V_2——测定溶液的体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数；若锡含量小于0.10%时，表示至三位小数；小于0.010%时，表示至四位小数。

8 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 %

锡含量	允许差
0.003 0～0.010	0.002
>0.010～0.050	0.006
>0.050～0.15	0.020
>0.15～0.50	0.05

方法2 苯芴酮分光光度法测定锡量

9 范围

本标准规定了锌精矿中锡含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中锡含量的测定。测定范围：0.050%～0.30%。

10 方法提要

试料用过氧化钠熔融分解，硫酸浸出，于硫酸介质中用甲苯萃取分离锡，用稀硫酸反萃取锡于水相中，苯芴酮显色，于分光光度计波长510 nm处测量吸光度。

11 试剂

11.1 无水碳酸钠。

11.2 过氧化钠。

11.3 甲苯。

11.4 无水乙醇。

11.5 氢氧化钠溶液(300 g/L)。

11.6 硫酸(1+1)。

11.7 硫酸(1+2)。

11.8 硫酸(1+35)。

11.9 抗坏血酸溶液(50 g/L)，当天配制。

11.10 酒石酸溶液(200 g/L)。

11.11 草酸溶液：称取0.68 g草酸($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)溶解于100 mL水中。

11.12 溴代十六烷基三甲铵溶液(6 g/L)：称取0.6 g溴代十六烷基三甲铵溶于100 mL乙醇(1+4)中，混匀。

11.13 碘化钾溶液(600 g/L)。

11.14 洗涤液：取4 mL硫酸(11.7)与1 mL碘化钾溶液(11.13)，混匀。现用现配。

11.15 对硝基酚指示剂(1 g/L)。

11.16 苯芴酮溶液(0.3 g/L)：称取0.300 g苯芴酮于200 mL烧杯中，加5 mL硫酸(11.6)，100 mL乙醇(11.4)搅拌溶解。将溶液滤入1 000 mL容量瓶中，以乙醇(11.4)稀释至刻度，混匀。

11.17 锡标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属锡(≥99.99%)于 150 mL 烧杯中，加 10 mL 硫酸(ρ1.84 g/mL)，加热至溶解完全，放冷。加 50 mL 硫酸(11.6)、10 mL 酒石酸溶液(11.10)移入 1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锡。

11.18 锡标准溶液：移取 10.00 mL 锡标准贮存溶液(11.17)于 200 mL 容量瓶中，加 2 mL 酒石酸溶液(11.10)、13 mL 硫酸(11.6)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 锡。

12 仪器

分光光度计。

13 试样

13.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

13.2 样品预先在 105℃±5℃烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

14 分析步骤

14.1 试料

按表 3 称取试料，精确至 0.000 1 g。

表 3

锡　量，%	试　料　量，g
0.050～0.150	0.200
>0.150～0.300	0.100

独立地进行二次测定，取其平均值。

14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

14.3 测定

14.3.1 于 30 mL 高铝坩埚底部铺上 1 g 无水碳酸钠、2 g 过氧化钠，加入试料(14.1)，再覆盖 1 g 过氧化钠，放入高温炉中，缓慢升温至 650℃熔融 10 min，取出冷却，移入盛有 5 mL 酒石酸溶液的 200 mL 烧杯中，慢慢加入 20～30 mL 水，盖上表皿，置于电炉上加热浸出，取出坩埚，稍冷，一次加入 30 mL 硫酸(11.6)，加热煮沸 10 min，用水冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取 5.00 mL上清液于 60 mL 分液漏斗中。

14.3.2 加入 3 mL 抗坏血酸溶液、16 mL 硫酸(11.7)、5 mL 碘化钾溶液、10 mL 甲苯，振荡 1 min，静置分层，弃去水相，加入 5 mL 洗涤液，振荡 15 s，静置分层，弃净水相，加入 10 mL 硫酸(11.8)，振荡 1 min，静置分层，将水相放入 50 mL 容量瓶中。

14.3.3 加 1 滴对硝基酚指示剂，以氢氧化钠溶液和硫酸(11.6)调至溶液黄色消失(pH2～3)，加入 2.0 mL硫酸(11.6)、5.0 mL 抗坏血酸溶液、3.0 mL 酒石酸溶液、2.0 mL 草酸溶液、5.0 mL 溴代十六烷基三甲铵溶液，每加一种试剂均需混匀，加入 3.0 mL 苯芴酮溶液，以水稀释至刻度，混匀。放置30 min。

14.3.4 移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中，以随同试料的空白溶液为参比，于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的锡量。

14.4 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00 mL 锡标准溶液分别于一组 60 mL 分液漏斗中。以下按 14.3.2～14.3.3 条进行。移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中，以试剂空白为参比测量其吸光度。以锡量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

15 分析结果的表述

按式(2)计算锡的百分含量：

$$Sn(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：m_1——自工作曲线上查得的锡量，μg；

V_0——试液的总体积，mL；

V_1——分取试液的体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数。

16 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4 %

锡 含 量	允 许 差
0.05～0.15	0.02
>0.15～0.30	0.03

附 录 A
（提示的附录）
仪器工作条件

使用 AFS-2201 型原子荧光光谱仪测定锡量的工作条件如表 A1 和表 A2。

表 A1 仪器工作条件

灯电流 mA	负高压 V	载气流量 mL/min	屏蔽气流量 mL/min	原子化温度 ℃	原子化器高度 mm	延迟时间 s	采样时间 s
80	300	400	800	750	7	0	10

表 A2 蠕动泵工作参数

步 骤	速 度 n/min	时 间 s	重复次数	读 数	停 止
0	60	8	1	NO	NO
1	0	4	1	NO	NO
2	80	14	1	YES	NO
3	0	4	0	NO	YES