

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.9—2010
代替 YS/T 74.9—1994

镉化学分析方法 第 9 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of cadmium—
Part 9: Determination of tin content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

前 言

YS/T 74—2010《镉化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法；
- 第 6 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：铊量的测定 结晶紫分光光度法；
- 第 9 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 10 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：砷、铈、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 74.9—1994《镉化学分析方法 苯茚酮-溴代十六烷基三甲胺分光光度法测量锡量》，本部分与原标准相比，主要变化如下：

- 分析方法改为氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 增加了警告性提示；
- 增加了精密度、质量保证和控制条款；
- 增加了试验报告条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分起草单位：北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、辽宁出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：于力、汤淑芳、刘鹏飞、李文艳、杨伟林、李岩、董秀文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 74.9—1994；
- GB/T 2135—1980。

镉化学分析方法

第9部分：锡量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验，并具备使用原子荧光光谱仪的技能，严格按照原子荧光光谱仪安全操作规程操作。

1 范围

YS/T 74 的本部分规定了镉中锡量的测定方法。

本部分适用于镉中锡量的测定。测定范围：0.000 10%~0.005 0%。

2 方法原理

试样经稀硝酸、硫酸溶解后，加热至冒尽三氧化硫烟。在硫酸(1+99)介质中，锡(IV)被硼氢化钾还原成锡的氢化物，用氩气导入石英炉原子化器中，于原子荧光光谱仪上测量锡的荧光强度。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 硝酸(1+1)，优级纯。
- 3.2 硫酸(1+1)，优级纯。
- 3.3 硫酸(1+99)，优级纯。
- 3.4 硫脲-抗坏血酸溶液：称取 5 g 硫脲、5 g 抗坏血酸，用水溶解后，稀释至 100 mL，混匀。
- 3.5 硼氢化钾溶液(15 g/L)：称取 7.5 g 硼氢化钾，溶于 500 mL 氢氧化钾溶液(5.0 g/L)中，混匀。用时现配。
- 3.6 锡标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属锡($w_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$) (称前用稀盐酸洗去表面氧化物，再用乙醇充分洗涤晾干)，加 100 mL 硫酸(3.2)，低温加热溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锡。
- 3.7 锡标准溶液：移取 1.00 mL 锡标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硫酸(3.2)，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 锡。
- 3.8 镉基体溶液(50 g/L)：称取 50 g 高纯镉($w_{\text{Cd}} \geq 99.999\%$)，置于 250 mL 烧杯中，溶于 100 mL 的硝酸(3.1)中，浓缩至小体积，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 3.9 氩气，体积分数不小于 99.99%。

4 仪器

断续流动双道无色散型原子荧光光谱仪，带有石英炉原子化器和锡空心阴极灯，断续流动仪及微机处理系统。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：