



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.4—2013  
代替 GB/T 4325.3—1984

---

## 钼化学分析方法 第4部分：锡量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—  
Part 4: Determination of tin content—  
Atomic fluorescence spectrometry

2013-05-09 发布

2014-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
钨化学分析方法  
第 4 部分:锡量的测定  
原子荧光光谱法

GB/T 4325.4—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:010-51780168

010-68522006

2013 年 7 月第一版

\*

书号:155066·1-47300

版权专有 侵权必究

## 前 言

GB/T 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4325.3—1984《钼化学分析方法 聚乙二醇辛基苯基醚-苯荧光酮光度法测定锡量》。本部分与 GB/T 4325.3—1984 相比，主要技术变化如下：

- 将聚乙二醇辛基苯基醚-苯荧光酮光度法改为原子荧光光谱法；
- 测定范围调整为 0.000 3%~0.005 0%；
- 增加了重复性条款；
- 增加了试验报告条款。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

**GB/T 4325.4—2013**

本部分起草单位：金堆城钼业股份有限公司、广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：李巧红、谢明明、张江峰、王郭亮、贺鑫、王津、于力。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.3—1984。

# 钨化学分析方法

## 第4部分:锡量的测定

### 原子荧光光谱法

#### 1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钨中锡量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸铵中锡量的测定。测定范围:0.000 3%~0.005 0%。

#### 2 方法提要

试料以过氧化氢分解,在 L-半胱氨酸存在下于酒石酸介质中,使用氢化物发生-原子荧光光谱法测定锡的含量。在一定范围内,荧光强度与被测元素的含量成正比。加入钨基体可消除干扰。

#### 3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为优级纯,所用水为二级水或者二级以上水。

3.1 硼氢化钠。

3.2 氢氧化钠。

3.3 钨基体( $w_{Sn} \leq 0.000 02\%$ )。

3.4 硝酸( $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ )。

3.5 盐酸( $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ )。

3.6 硫酸( $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ )。

3.7 过氧化氢。

3.8 硫酸(1+1)。

3.9 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.10 L-半胱氨酸(5 g/L):称取 L-半胱氨酸 0.5 g 溶于水中,加入 1 mL 盐酸(3.5),用水定容至 100 mL。

3.11 酒石酸溶液:400 g/L,现配现用。

3.12 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡( $w_{Sn} \geq 99.99\%$ )于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.5),加盖表面皿,放置过夜,待锡溶解完全后再加入 50 mL 盐酸(3.5),再移入 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  锡。

3.13 锡标准溶液:移取 1.00 mL 锡标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  锡。

3.14 硼氢化钠溶液(15 g/L):称取 1.5 g 硼氢化钠(3.1),加入预先溶有 0.5 g 氢氧化钠(3.2)的 100 mL 水中,完全溶解后摇匀备用,现配现用。

3.15 盐酸(1+9)。

3.16 氙气,体积分数不小于 99.99%。