

YS/T XXXX.4-201X

ICS 73.060

D 42

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

铜阳极泥分银渣化学分析方法

第4部分：锡量的测定

碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of silver separating residue from copper anode slime—

Part 4 : Determination of tin content—

The potassium iodate titrimetric method

（预审稿）

前言

YS/T XXXX-201X 《铜阳极泥分银渣化学分析方法》分为8个部分：

——第1部分: 金量和银量的测定火试金法；

——第2部分: 铂量和钯量测定火试金法富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分: 铅量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第4部分: 锡量的测定碘酸钾滴定法；

——第5部分: 铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第6部分: 铜量的测定碘量法；

——第7部分: 锑量的测定硫酸铈滴定法；

——第8部分: 铋量的测定 Na2EDTA滴定法。

本部分为YS/TXXXX-201X的第4部分。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准负责起草单位：北矿检测技术有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂。

本部分起草单位：北矿检测技术有限公司。

本部分参加起草单位：株洲冶炼集团有限公司、广东省工业分析检测中心、大冶有色设计研究院有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、中条山有色金属集团有限公司、浙江富冶集团有限公司、湖南有色金属研究院、郴州市金贵银业股份有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、浙江江铜富冶和鼎有限公司、江西铜业股份有限公司。

本部分主要起草人：冯振华、汤淑芳、杨春林、徐思婷、谭秀丽、林韶阳、段群英、刘锋、刘艳、谢燕红、侯丹、庞文林、熊方祥、。

铜阳极泥分银渣化学分析方法

第4部分：锡量的测定

碘酸钾滴定法

1 范围

本标准规定了铜阳极泥分银渣中锡量的测定方法。

本标准适用于铜阳极泥分银渣中锡量的测定。测定范围：5.00%～20.00%。

2 方法提要

试样以过氧化钠熔融，盐酸浸取（如果铜高，则先以硝酸分解，过滤除铜）。用还原铁粉置换，使锡与锑、铋、砷等元素分离。用金属铝片将锡还原为二价，以淀粉作指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定。

3 试剂

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂，所用水均为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 金属铝片（*w*Al≥99.9%、*w*Sn＜0.001%），每块约0.5g。

3.2 还原铁粉。

3.3 过氧化钠。

3.4 硝酸（ρ1.42g/mL）。

3.5 盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.6 硝酸（1+4）。

3.7 盐酸（1+1）。

3.8 饱和碳酸氢钠溶液。

3.9 淀粉溶液（5g/L）。

3.10 锡标准贮存溶液：称取1.0000g金属锡（*w*Sn≥99.99%），置于1000mL容量瓶中，加入200mL盐酸（3.7），待其完全溶解后，加入100mL盐酸（3.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg锡。

3.11 锡标准溶液：移取10.00mL锡标准贮存溶液（3.10）于100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg锡。

3.12 碘酸钾标准滴定溶液[*c*(1/6KIO3)≈0.015mol/L]

3.12.1 配制：称取0.6g碘酸钾、3g碘化钾、1g无水碳酸钠，置于500mL烧杯中，加入200mL水，加热至完全溶解，用慢速滤纸过滤于1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.12.2 标定：移取25.00mL锡标准贮存溶液（3.10）置于500mL锥形瓶中，加入100mL盐酸（3.7）、0.5g还原铁粉（3.2），低温加热至铁粉溶解完全，取下稍冷。加入20mL水、2g铝片（3.1），用连接盖氏漏斗的橡皮塞塞紧瓶口，于盖氏漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液（3.8）至1/2体积处，充分摇动。待反应平稳并剩余少量铝片时，将锥形瓶置于电热板上加热煮沸至大气泡产生。取下，在饱和碳酸氢钠溶液保护下将锥形瓶置于流水中冷却至室温。以下按5.4.1.6进行。随同标定做空白试验。

按式（1）计算碘酸钾标准滴定溶液对锡的计算因子*f*：

………………………………（1）

式中：

——碘酸钾标准滴定溶液对锡的计算因子，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*ρ0*——锡标准贮存溶液浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*V*1——移取锡标准贮存溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——标定时消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0——标定时滴定空白试液消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

平行标定4份，结果保留4位有效数字，其极差值不大于0.005 mg/mL时，取其平均值。否则重新标定。

4 试样

试样粒度应不大于0.096mm。试样应在100℃~105℃烘1h后置于干燥器中，冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取0.20g试样，精确至0.0001g。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1含铜量>2.0%的试样

5.4.1.1将试料（5.1）置于250mL烧杯中，加入10mL硝酸（3.6），低温加热10min。取下冷却，用加有少量纸浆的慢速定量滤纸过滤，用30mL水洗涤烧杯和滤纸3次～4次，滤液用100mL容量瓶承接，待用。

5.4.1.2 将滤纸和残渣移入25mL高型刚玉坩埚中，在105℃烘箱中烘干后移入炉门微开的500℃高温炉中灰化。取出，冷却。

5.4.1.3加入2g过氧化钠（3.3）于刚玉坩埚中，用细玻璃棒搅匀，用小毛刷扫净细玻璃棒，覆盖1g过氧化钠（3.3），将坩埚移入已升温至500℃高温炉中，升温至700℃熔融20min，取出，冷却。

5.4.1.4将刚玉坩埚移入预先盛有40mL水的250mL烧杯中，低温加热至熔块溶解完全。用10mL水分多次洗涤坩埚，再用少量盐酸（3.7）洗净坩埚。加入盐酸（3.5）至溶液酸化并过量30mL。

5.4.1.5在充分搅拌下，分3次～4次加入3g~4g还原铁粉（3.2），低温加热至溶液呈灰白色，继续低温加热煮沸1min （若还原铁粉溶解完全，需补加0.5g还原铁粉），取下，趁热用垫有脱脂棉和纸浆的漏斗过滤，用500mL锥形瓶承接滤液，用60mL盐酸（3.7）洗涤烧杯及沉淀3次~4次。向滤液中加入10mL盐酸（3.5）、2g铝片（3.1），用连接盖氏漏斗的橡皮塞塞紧瓶口，于盖氏漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液（3.8）至1/2体积处，充分摇动锥形瓶。待反应平稳并剩余少量铝片时，加热煮沸至大气泡产生，取下，在饱和碳酸氢钠溶液保护下将锥形瓶置于流水中冷却至室温。

5.4.1.6取下盖氏漏斗。立即加入5mL淀粉溶液（3.9），用碘酸钾标准滴定溶液（3.12）滴定至溶液呈浅蓝色即为终点。

5.4.1.7滤液补正

于滤液（5.4.1.1）中，加入10mL盐酸（3.5），用水稀释至刻度，混匀。

于电感耦合等离子原子发射光谱仪波长189.925 nm处，在选定的仪器工作条件下，测定试液中锡的发射强度，从工作曲线中查出相应的锡浓度。

5.4.1.8工作曲线的绘制

分别移取0mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL、20.00mL锡标准溶液（3.11）于一组100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.5），用水稀释至刻度，混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪189.925 nm处，测定系列标准溶液中锡的发射强度。以锡的浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.4.2含铜量≤2.0%的试样

将试料（5.1）置于已加入2g过氧化钠（3.3）的25mL高型刚玉坩埚中，用细玻璃棒搅匀，用小毛刷扫净细玻璃棒，覆盖1g过氧化钠（3.3），将坩埚移入已预热至500℃高温炉中，继续升温至700℃，熔融20min，取出，冷却。以下按5.4.1.4~5.4.1.6进行。

6 分析结果的计算

锡量以质量分数*wSn*计，数值以%表示，按公式（2）计算：

………………………………（2）

式中：

*f*——碘酸钾标准滴定溶液对锡的计算因子，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*V*3——滴定试液消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*4——滴定空白试液消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*ρ1*——从工作曲线中查得滤液中锡的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)。

*V*5——滤液定容体积，单位为毫升(mL)。

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

所得结果表示至小数点后两位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表1数据采用线性内插法或外延法求得：

表1重复性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sn/ % | 5.91 | 9.00 | 10.80 | 12.89 | 16.04 | 19.77 |
| *r* / % | 0.22 | 0.24 | 0.27 | 0.28 | 0.24 | 0.30 |

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2再现性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sn*/*% | 5.91 | 9.00 | 10.80 | 12.89 | 16.04 | 19.77 |
| *R* / % | 0.26 | 0.29 | 0.33 | 0.41 | 0.33 | 0.33 |

8试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/T xxxx.4-201x）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。