ICS 77.120.60

H 13

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

高铋铅化学分析方法

第6部分：锡含量的测定

碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of Bismuth-rich lead–

Part 6：Determination of tin content -

The potassium iodate titrimetric method

(送审稿)

YS/T XXXX.6-201X



中华人民共和国有色金属行业标准

前 言

YS/T XXXX-201X《高铋铅化学分析方法》分为6个部分：

——第1部分：铅含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铋含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第3部分：金和银含量的测定 火试金重量法；

——第4部分：锑含量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法；

——第5部分：铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第6部分：锡含量的测定 碘酸钾滴定法。

本部分为YS/T XXXX-201X的第6部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分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、湖南有色金属研究院。

本部分起草单位：广东省工业分析检测中心、株洲冶炼集团股份有限公司、富民薪冶工贸有限公司、广西华锡集团股份有限公司、阳谷祥光、国标(北京)检验认证有限公司、长沙矿冶研究院、国家有色贵金属质量监督检验中心、铜陵有色金属集团控股有限公司、广西分析测试中心、湖南柿竹园有色金属有限责任公司。

本部分主要起草人：张天姣、李玉红、谢辉、张东光、姜晴、胡花苗、杨欣、张凤玲、阮冰、万双、李先和、张力久、佟伶、熊方祥、陈继伟、崔丹、周姣连、陈小燕、秦宸、冯振华、韩晓、黎颖、黄一帆、张碧兰。

高铋铅化学分析方法

第6部分：锡含量的测定

碘酸钾滴定法

1 范围

本部分规定了高铋铅中锡含量的测定方法。

本部分适用于高铋铅中锡含量的测定。测定范围：0.50%~2.00%

2 方法提要

试料用浓硫酸溶解，在盐酸介质中，用铁粉将砷、锑、铋等杂质还原为单质与锡分离，过滤除去，滤液用铝片还原，将锡（Ⅳ）还原为锡（Ⅱ），用加入了碘化钾的淀粉溶液做指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定至蓝色即为终点，根据消耗的碘酸钾溶液的体积计算锡的含量。

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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1还原铁粉（AR，100目）。

3.2铝片（wAl≥99. 9%，wSn<0.001%）。

3.3 硫酸钾。

3.4浓硫酸（ρ1.84g/mL）。

3.5硫酸（1+1）。

3.6盐酸（1+1）。

3.7饱和碳酸氢钠溶液，所用水需煮沸5min以驱逐氧气，冷却后备用。

3.8淀粉指示剂（5g/L）：称取1.0g可溶性淀粉，置于200mL烧杯中，用少量水调成糊状，加入200mL沸水，煮沸，冷却，搅拌下加入加1g氢氧化钠，20g碘化钾，混匀。

3.9锡标准溶液：准确称取0.5000g高纯锡（*w*Sn≥99.99%）于300mL烧杯中，加入50mL浓硫酸，盖上表面皿，置于电炉加热溶解完全，冷却至室温，水小心吹洗杯壁和表面皿，混匀，冷却，搅拌下补加100mL硫酸（3.3），移入500mL容量瓶中，冷却至室温，定容摇匀。此溶液1mL含1mg锡。

3.10碘酸钾标准滴定溶液(0.0014mol/L)

3.10.1配置：称取0.30g碘酸钾，8g碘化钾，0.3g氢氧化钾，置于500mL烧杯中，加入80mL水，搅拌至溶解完全，转移至1000mL棕色容量瓶中，混匀。

3.10.2标定：准确移取三份10.OO mL的锡标准溶液(3.9)，分别置于三个500 mL锥形瓶中，随同做空白试验。加人10mL浓硫酸、80mL盐酸(1+1)，1g铁粉，低温加热至溶解完全，再加入20mL水，冷却后加2g铝片还原，待反应平静后加热煮沸至冒大泡。流水冷却至室温后以淀粉为指示剂，碘酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝色，并至少稳定20s为终点。记录反应消耗的碘酸钾溶液的体积。根据式（1）计算碘酸钾溶液的浓度。

..............................................(1)

式中：

c-----碘酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m0----锡的质量，单位为克（g）；

V1----标定含锡溶液消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V0----标定空白溶液消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

118.69----锡的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）

取三份标定结果的平均值为标准滴定溶液的浓度，保留四位有效数字；三份标定结果的基差值不大于4×10-5mol/L，否则重新标定

4 仪器设备

分析天平，精确至 0.001 g。

5 试样

将试样加工至4mm以下，用磁铁除去加工时带入的铁屑，然后过0.425mm筛，筛上、筛下分别称重后，备用。

6试验步骤

6.1 试料

称取2.0g试样，精确至0.001g。

6.2平行试验

平行做两份试验。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料（6.1）置于300mL烧杯中，加入40mL浓硫酸（3.4）、2g硫酸钾（3.3），盖上表面皿，置于高温电炉上加热溶解，待试料溶解完全，取下，冷却至室温，小心吹洗表面皿和杯壁至约80mL，搅匀，冷却，用盐酸（3.6）转移至200mL容量瓶，冷却后以盐酸（3.6）定容，摇匀，静置。

6.4.2 移取50.00mL上清液置于300mL烧杯中，加入50mL盐酸（3.6），盖上表面皿，低温电炉上加热至约60℃～80℃，加入2g铁粉（3.1），用玻璃棒充分搅匀以加速反应。铁粉反应完全后再补加1g，保温反应，待溶液颜色发白并剩余有少量铁粉，液面浮有大量黑褐色物质时，趁热用脱脂棉过滤，滤液以500mL锥形瓶承接，用约80mL的盐酸（3.6）洗涤烧杯和沉淀数次。

6.4.3 向滤液中加入2.0g铝片（3.2），不断摇动锥形瓶，使还原作用完全，直到溶液中仅剩下少量的铝片，还原作用较缓慢时，盖上盛有大半体积饱和碳酸氢钠溶液（3.7）的盖氏漏斗，加热煮沸，使铝片完全溶解，取下，以流水冷却至室温，在此过程中不断向盖氏漏斗中补充饱和碳酸氢钠溶液，防止空气进入。

6.4.4 取下盖氏漏斗，将漏斗中剩余的碳酸氢钠溶液小心倒入锥形瓶中，立刻加入5mL淀粉指示剂（3.8），以碘酸钾标准滴定溶液（3.10）滴定至溶液至蓝色，并至少稳定20s为终点，记录消耗的碘酸钾溶液的体积。

7 试验数据处理

 锡含量以锡的质量分数*w*Sn计，按公式（2）计算：

…………………………………………（2）

*c*——碘酸钾溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V2——试样消耗的碘酸钾溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V3——空白消耗的碘酸钾溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m1*——试料质量，单位为克（g）；

118.69——锡的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

计算结果锡含量表示至小数点后2位。

8 精密度

8.1 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和外延法求得：

表1重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sn/(%) | 0.67 | 1.08 | 1.61 | 1.78 |
| *r*/(%) | 0.045 | 0.079 | 0.083 | 0.095 |

8.2 再现性

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现性限（*R*），超过重现性限（*R*）的情况不超过5％，重现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法和外延法求得：

表2再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sn/(%) | 0.67 | 1.08 | 1.61 | 1.78 |
| *R*/(%) | 0.055 | 0.12 | 0.12 | 0.16 |

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/TXXXX.6-201X）；

——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。