

YS/T XXXX.1-201X

ICS

H

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

粗锡化学分析方法

第1部分：锡含量的测定

碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of crude tin—

Part 1：Determination of tin content—

The potassium iodine titrimetric method

(征求意见稿)

前言

YS/T XXXX-201X 《粗锡化学分析方法》分为5个部分：

——第1部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；

——第2部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和EDTA络合滴定法；

——第3部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法；

——第4部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和EDTA络合滴定法；

——第5部分： 锑量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法；

本部分为YS/T XXXX-201X的第1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）提出并归口。

本标准负责起草单位：广东省工业分析检测中心，云南锡业股份有限公司，北矿检测技术有限公司。

本部分起草单位：云南锡业股份有限公司，湖南有色金属研究院，西北有色金属研究院，有研工程技术研究院有限公司，中色桂林矿产地质研究院有限公司，昆明冶金研究院，广东省工业分析检测中心，北矿检测技术有限公司，湖南柿竹园有色金属有限责任公司。

本部分主要起草人：白艳华，夏从容，沈翠，李鹏飞，张雪莲 庞文林3、4、胡贞贞，

乔丽娜、杨赟金，7、冯振华，苗晓焕，张碧兰

**粗锡化学分析方法**

**锡量的测定 碘酸钾滴定法**

**1 范围**

本标准规定了粗锡中锡量的测定方法。

本标准适用于粗锡中锡量的测定。测定范围:55.00 % ～ 99.50 %。

**2 方法原理**

试料以盐酸、还原铁粉、过氧化氢分解，在 6 mol/mL 盐酸介质中，用还原铁粉置换分离砷锑铜等干扰元素，用还原铁粉和铝粒将锡还原为二价；以淀粉作指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定试液呈蓝紫色为终点。

**3 试剂**

除非另有说明，试剂仅分析纯试剂及三级水。

3.1 还原铁粉。

3.2 铝粒：用A000金属铝制成铝粒（ 每片0.5 g或1.0 g ）。

3.3 碘化钾。

3.4 硫氰酸钾 。

3.5 无水碳酸钠。

3.6 金属锡标准样品。

3.7 氢氧化钠溶液（25g/L）。

3.8 盐酸（ρ1.19 g/mL ）。

3.9 盐酸（1+1）。

3.10 盐酸（1+19）。

3.11 过氧化氢（ 30% ）。

3.12 锡标准液：1.00 mL 含8.0 mg 锡

称取4.0000 g 标准锡于400 mL 烧杯中，加入80 mL 盐酸（3.8），20mL水，盖上表皿，微热至完全溶解，取下，冷却，用盐酸（3.10）吹洗表皿并移入500 mL 容量瓶中，以盐酸（3.10）定容，摇匀。

3.13 碘酸钾标准溶液〔*c*（1/6KIO3）= 0.042 mol/L 〕。

3.13.1 配制：称取1.5 g碘酸钾、1 g无水碳酸钠置于500mL烧杯中，加入200mL水，加热至完全溶解，加入10 g碘化钾搅拌至完全溶解，用玻璃棉将溶液过滤于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.13.2 标定：称取三份0.1000 g金属锡(99.99%)，分别置于300 mL锥形瓶中，加入1.5 g还原铁粉(3.1)、80 mL盐酸（3.9），用还原装置图中的橡皮塞(1)塞紧试液瓶口，低温加热至溶解完全，取下稍冷，滴加1滴过氧化氢（3.11），加热煮沸至反应完全（溶液有大气泡产生），取下在二氧化碳气保护下流水冷却2 min，关闭二氧化碳气，加入20 mL水，加入2.5g铝（3.2），充分摇动至剩余少量铝时，加热煮沸至反应完全（溶液有大气泡产生），在二氧化碳气保护下，将锥形瓶置于流水中冷却至室温，取下锥形瓶，立即塞上橡皮塞，移至滴定台，加入5ml淀粉溶液（3.14），立即用碘酸钾标准滴定液滴定至蓝色为终点。随同做空白试验。

注：若采用盖氏漏斗作还原装置，3.13.2改为

称取三份0.1000 g金属锡(99.99%)，分别置于300 mL锥形瓶中，加入1.5 g还原铁粉(3.1)、80 mL盐酸（3.9），低温加热至溶解完全，取下稍冷，滴加1滴过氧化氢（3.11），加热煮沸至反应完全（溶液有大气泡产生），取下，流水冷却2 min，加入20 mL水，加入2.5g金属铝（3.2），用连接盖氏漏斗的橡皮塞塞紧试液瓶口，在盖氏漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液，充分摇动锥形瓶，待剧烈反应至剩余少量铝时，加热煮沸至大气泡产生3 min，置于流水中冷却至室温, 取下锥形瓶，立即塞上橡皮塞，移至滴定台，加入5ml淀粉溶液（3.14），立即用碘酸钾标准滴定液滴定至蓝色为终点。随同做空白试验。

按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度：

……………………(1)

式中：

*c* ── 碘酸钾（1/6KIO3）标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每毫升（ mol/L ）；

*m* ── 称取金属锡的质量，单位为克（ g ）；

*V*1 ──滴定金属锡所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

*V*0 ──滴定空白试液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

59.355── 锡（1/2Sn）的摩尔质量，单位为克每摩尔（ g/mol ）。

平行标定三份，其极差值不大于1×10-4 mol/L 时，取其平均值，否则重新标定。

3.14 淀粉溶液(10 g/L)：称取2 g可溶性淀粉置于500mL烧杯中，加20mL水，调成湖状，搅拌下加入20mL氢氧化钠溶液（3.7），15 g 碘化钾，用水稀释至200mL，混匀。

 3.15 还原装置

图1 还原装置图

1－橡皮塞；　 　2、3－玻璃管； 　4－橡皮管；　 5－500mL锥形瓶

**4 试验步骤**

4.1 试料

按表1称取试样，精确至0.0001 g。

表1试样量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Sn质量分数（%） | 称取量（ g ） | 配制体积( mL )  | 分取体积( mL ) |
| 55.0～80.0  |  1.5 | 100 | 10.00 |
| ≥80.～90.0 | 1.2  | 100 | 10.00 |
| ≥90.0 | 1.0 | 100 | 10.00 |

4.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.4 测定

4.4.1将试料置于200mL烧杯中，加入1 g 还原铁粉，60 mL盐酸（3.9），盖上表皿，低温加热至还原铁粉反应完全，少量多次加入2 mL过氧化氢（3.11）至试样分解完全，取下，冷却。用盐酸（3.9）吹洗表皿并移入100 mL 容量瓶中，以盐酸（3.9）定容，摇匀。

4.4.2 按表1准确移取10.00 mL试液于150 mL烧杯中，加入40 mL盐酸(3.9),加入1.5 g还原铁粉，立即盖上表面皿，加热微沸约5 min至溶液清亮，取下稍冷，继续加入1.0 g还原铁粉，加热微沸约5 min至溶液清亮，取下稍冷，加入0.5 g还原铁粉，流水冷却至室温，用脱脂棉和纸浆过滤，滤液盛于300 mL锥形瓶中，以盐酸（3.9）洗涤烧杯3次，残渣7-8次，控制体积不超过100 mL，将锥形瓶接上还原装置，加入1.5g铝粒，微热，使铝粒反应，取下，连续摇动锥形瓶，反应至剩余少量铝时，通入二氧化碳气，加热煮沸至反应完全（溶液有大气泡产生），将锥形瓶放入冷水槽中，在二氧化碳气保护下，冷却至室温。取下锥形瓶，立即塞上橡皮塞，移至滴定台，加入5ml淀粉溶液（3.14），立即用碘酸钾标准滴定液滴定至紫蓝色为终点。

注：若采用盖氏漏斗作还原装置，4.4.2改为

按表1准确移取10.00 mL试液于150 mL烧杯中，加入40 mL盐酸(3.9),加入1.5 g还原铁粉，立即盖上表面皿，加热微沸约5 min至溶液清亮，取下稍冷，继续加入1.0 g还原铁粉，加热微沸约5 min至溶液清亮，取下稍冷，加入0.5 g还原铁粉，流水冷却至室温，用脱脂棉和纸浆过滤，滤液盛于300 mL锥形瓶中，以盐酸（3.9）洗涤烧杯3次，残渣7-8次，控制体积不超过100 mL，加入1.5g金属铝（3.3），用连接盖氏漏斗的橡皮塞塞紧试液瓶口，在盖氏漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液，微热，使铝粒反应，取下，充分摇动锥形瓶，待剧烈反应至剩余少量铝时，加热煮沸至大气泡产生3 min，置于流水中冷却至室温。

4.4.3 取下锥形瓶，立即塞上橡皮塞，移至滴定台，加入5ml淀粉溶液（3.14），立即用碘酸钾标准滴定液滴定至试液呈紫蓝色为终点。

5 试验数据处理

锡含量以锡的质量分数*wSn*计，按公式（2）计算：：

…………………………(2)

式中：

*c* ── 碘酸钾（1/6KIO3）标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每毫升（mol/L）；

*V*s ── 测定时，滴定试料溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0 ── 测定时，滴定空白试验溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*0 ── 试料的质量，单位为克（g）；

59.355 ── 锡（1/2Sn）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

5 精密度

5.1 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 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Bi/% |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |

5.2 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值不超过再现性限（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 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Bi/% |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |

6 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容,至少应给出以下几个方面的内容：

—— 试样；

—— 使用的标准，YS/T XXX.1-201X；

—— 使用的方法；

—— 分析结果及其表示；

—— 与基本分析步骤的差异；

—— 测定中观察的异常现象；

—— 试验日期。

**5 精密度**

5. 1 重复性条款

ω(Sn)(%):

r(%) :

5.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

**（表2）**

|  |  |
| --- | --- |
| Sn质量分数（%）ω(Sn) |  允许差 |
| 55.0～80.0  |   |
| ≥80.～90.0 |   |
| ≥90.0 |   |

|  |  |
| --- | --- |
| ω(Sn) | 允许差 |
| 55.0～80.0 |  |
| ≥80.～90.0 |  |
| ≥90.0 |  |