

YS/T XXXX.1-202X

ICS 77.120.60

CCS 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

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

(送审稿)

前言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T XXXX《粗锡化学分析方法》的第1部分。YS/T XXXX-202X 《粗锡化学分析方法》已经发布了以下部分：

——第1部分：锡含量的测定 碘酸钾滴定法；

——第2部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法和EDTA络合滴定法；

——第3部分：铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法；

——第4部分：铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和EDTA络合滴定法；

——第5部分：锑含量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法；

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件负责起草单位：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。

本文件起草单位：云南锡业股份有限公司、湖南有色金属研究院、国标（北京）检验认证有限公司、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。

本文件主要起草人：白艳华、李鹏飞、张雪莲、庞文林、侯川、粟生辰、胡贞贞、乔丽娜、刘标、冯振华、张碧兰 、沈翠、杨赟金、谢辉、苗晓焕、夏从容、张林娜。

**粗锡化学分析方法**

**第1部分：锡含量的测定**

**碘酸钾滴定法**

**警示——使用本标准的人员应有正规实验室的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。**

1 范围

本文件规定了粗锡中锡含量的测定方法。

本文件适用于粗锡中锡含量的测定。测定范围: 55.00% ～ 99.50%。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

 本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试样用盐酸、还原铁粉、过氧化氢分解。在 6 mol/L 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。

5 试剂或材料

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。

5.1 锡（*wSn*≥99.99 %）。

5.2 还原铁粉。

5.3 铝：粒状（ 每片约0.5 g或1.0 g ）。

5.4 碘化钾。

5.5 无水碳酸钠。

5.6 过氧化氢（ 30% ）。

5.7 盐酸（*ρ* =1.19 g/ mL）。

5.8 盐酸（1+1）。

5.9 盐酸（1+19）。

5.10 氢氧化钠溶液（25g/L）。

5.11 碘酸钾标准滴定溶液:

a)配制：称取1.5 g碘酸钾、1 g无水碳酸钠（5.5）置于500 mL烧杯中，加入200 mL水，加热溶解完全，加入10 g碘化钾（5.4）搅拌溶解完全，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。此碘酸钾标准滴定溶液浓度为 [c（1/6KIO3）≈0.042mol/L];

b)标定：称取0.1000 g锡（5.1），于300 mL锥形瓶中，加入1.5 g还原铁粉(5.2)、80 mL盐酸（5.8），用图1所示的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（5.6），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（5.3），充分摇动至剩余少量铝时，通入二氧化碳气，加热煮沸至反应完全（溶液有大气泡产生），在二氧化碳气体保护下，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5 mL淀粉溶液（5.12），立即用碘酸钾标准滴定溶液滴定至蓝紫色为终点。随同标定做空白试验。

注：若采用盖氏漏斗作为还原装置，“5.11.2”替换为下述操作步骤：

称取0.1000 g锡(5.1)，分别置于300 mL锥形瓶中，加入1.5 g还原铁粉(5.2)、80 mL盐酸（5.8），低温加热至溶解完全，取下稍冷，滴加1滴过氧化氢（5.6），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铝（5.3），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，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5 mL淀粉溶液（5.12），立即用碘酸钾标准滴定液滴定至蓝紫色为终点。随同标定做空白试验。

按公式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度（mol/L）：

……………………………(1)

式中：

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

*m* ── 称取锡的质量，单位为克（ g ）；

*V*1 ──滴定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4份，结果保留4位有效数字，其极差值不大于1×10-4 mol/L时，取其平均值。否则重新标定。

5.12 淀粉溶液(5 g/L)：称取1 g可溶性淀粉置于500mL烧杯中，加20mL水，调成糊状，搅拌下加入40mL氢氧化钠溶液（5.10），40 g 碘化钾（5.4），用水稀释至200mL，混匀。

5.13 还原装置（不属于试剂也不属于材料，建议放在5.11引用一下，把图放过去）



1－橡皮塞；　 　2、3－玻璃管； 　4－橡皮管；　 5－500mL锥形瓶

图1 还原装置示意图

6 试样

锯取，锯屑粒度应不大于1.25 mm。

7 试验步骤

7.1 试料

按表1称取试样，精确至0.0001 g。

表1 试料量

|  |  |
| --- | --- |
| 锡的质量分数% | 试料g |
| 55.00～80.00 | 1.50 |
| > 80.00～90.00 | 1.20 |
| > 90.00 | 1.00 |

7.2 平行试验

平行做两份试验。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料（7.1）置于200 mL烧杯中，加入1 g 还原铁粉（5.2），60 mL盐酸（5.8），盖上表面皿，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（5.6）至试样溶解完全，冷却。用盐酸（5.9）吹洗表面皿并移入100 mL 容量瓶中，用盐酸（5.9）定容，摇匀。

7.4.2 准确移取10.00 mL试液于150 mL烧杯中，加入40 mL盐酸(5.8),加入1.5 g还原铁粉（5.2），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（5.2），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（5.2），用脱脂棉和纸浆过滤，滤液收集于300 mL锥形瓶中，用盐酸（5.8）洗涤烧杯3次，残渣7次-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（5.3），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。

注：若采用盖氏漏斗作为还原装置，“7.4.2”替换为下述操作步骤：

准确移取10.00 mL试液于150 mL烧杯中，加入40 mL盐酸(5.8),加入1.5 g还原铁粉（5.2），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（5.2），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（5.2），用脱脂棉和纸浆过滤，滤液收集于300 mL锥形瓶中，用盐酸（5.8）洗涤烧杯3次，残渣7次-8次，控制体积不超过100 mL，加入1.5g铝（5.3），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。

7.4.3 取下锥形瓶，立即塞上橡皮塞，移至滴定台，加入5 mL淀粉溶液（5.12），立即用碘酸钾标准滴定液滴定至试液呈蓝紫色为终点。

7.5 试验数据处理

锡含量以锡的质量分数*wSn*计，按公式（2）计算：

*w*Sn*=*…………………………(2)

式中：

*C* ── 碘酸钾（1/6KIO3）标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*s ── 滴定试料消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0── 滴定空白试验溶液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）。

计算结果表示到小数点后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2数据采用线性内插法或外延法求得。（建议从小到大排水平）

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sn /% | 99.16 | 96.59 | 90.19 | 86.20 | 58.56 | 52.89 |
| r/% | 0.30 | 0.46 | 0.44 | 0.34 | 0.39 | 0.39 |

8.2 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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sn/% | 99.16 | 96.59 | 90.19 | 86.20 | 58.56 | 52.89 |
| R/% | 0.30 | 0.51 | 0.53 | 0.43 | 0.55 | 0.56 |

9 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；

—— 本文件编号YS/T XXX.1-202X；

—— 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。