ICSXXXX

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/TXXX

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**乙二醇锑化学分析方法**

**第1部分：锑含量的测定 溴酸钾滴定法**

Methods for chemical analysis of ethylene glycol antimony —

Part1: Determination of antimony content —

Potassium bromate titration method

（草稿）

××××-××-××发布 ××××-××-××实施

**\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T XXXX 《乙二醇锑分析检测方法》共有4个部分：

本部分为第1部分。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由锡矿山闪星锑业有限责任公司负责起草。

**乙二醇锑分析检测方法**

锑量的测定 溴酸钾滴定法

1 范围

本标准规定了乙二醇锑中锑量的测定方法。

本标准适用于乙二醇锑中锑量的测定。测定范围：50.00%～60.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该注日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用盐酸溶解，在盐酸介质中，以甲基橙为指示剂，用溴酸钾标准滴定溶液滴定至溶液红色消失为终点，根据溴酸钾标准滴定溶液的消耗量计算锑含量。

5 试剂

本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水**：**

5.1盐酸（*ρ*1.19 g/mL）。

5.2盐酸（1+1）。

5.3溴酸钾标准滴定溶液[*c*（1/6KBrO3)约0.1mol/L]：称取2.8 g溴酸钾基准物质（预先于180℃烘干1h）于1000 mL容量瓶中，加少量水溶解，以水稀释至刻度，混匀。

5.4甲基橙指示剂(1g/L)。

6 样品

样品应抽真空并保存于干燥器中。

7 试验步骤

7.1 试料

称取0.25g~0.30 g样品（6），精确至0.0001g，使用约0.2mm厚的耐温塑料片制成中间具有一尺寸为2cm X 3.5cm的凹型小皿，试样加在小皿上称量。

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

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300mL锥形瓶中，用约5mL盐酸（5.2）吹洗锥形瓶内壁，沿杯内壁加入40 mL盐酸（5.2），充分摇动，使样品溶解完全。

7.4.2 加入30mL水，摇匀，至电炉上加热至近沸。

7.4.3 加入两滴甲基橙指示剂（5.4），在保持溶液80℃～90℃的温度下，用溴酸钾标准滴定溶液（5.3）滴定至溶液的红色恰好消失，即为终点。

8 试验数据处理

按式（1）计算锑的质量分数*w*Sb，数值以%表示：

----------------------（1）

式中：*c*-----溴酸钾标准滴定溶液（5.3）的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V2*-----滴定试液消耗溴酸钾标准滴定溶液（5.3）的体积，单位为毫升（mL）；

*V3*-----标定中空白溶液消耗溴酸钾标准滴定溶液（5.3）的体积，单位为毫升（mL）；

*m0*-----试料的质量，单位为克（g）；

60.88 ----- 锑（1/2 Sb）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

所得结果应表示至小数点后第二位。

9 精密度

9.1 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2数据采用线性内插法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sb／% |  |  |  |  |  |
| *r*／% |  |  |  |  |  |

9.2 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求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sb／% |  |  |  |  |  |
| *R*／% |  |  |  |  |  |

**10** 试验报告

试验报告所包括的内容至少应给出以下几个方面：

——试验对象；

——使用的标准（YS/TXXX）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

————————