ICS

CCS XXXX

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.1-202X

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

**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 —

Part 1: Determination of antimony content —

Potassium bromatetitration method

（预审稿）

××××-××-××发布 ××××-××-××实施

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

中华人民共和国工业和信息化部发布

前 言

1. 本文件按照GB/T 1.1—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。
2. 本文件是YS/T XXXX《乙二醇锑化学分析方法》的第1部分。
3. YS/T XXXX已经发布了以下部分：
4. ——第1部分：锑含量的测定 溴酸钾滴定法；
5. ——第2部分：砷含量的测定 DDTC-Ag分光光度法。
6. 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。
7. 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。
8. 本文件起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司、XXX
9. 本文件主要起草人：袁渊 宋应球 梁继花--------

引 言

乙二醇锑是用过量乙二醇与三氧化二锑进行酯化脱水反应而制成，是新型聚酯催化剂。由于其具有催化活性高、催化反应速度快、生产的聚酯质量好、可纺性能强等特点，在国内外被广泛使用。国内年产量约1.5万～2万吨，并有不断扩大趋势，已经成为重要的锑加工产品。建立乙二醇锑化学分析方法标准，测定其主含量锑和相关杂质，控制和确保产品质量，十分必要。

YS/T XXXX《乙二醇锑化学分析方法》由2个部分构成：

——第1部分：锑含量的测定 溴酸钾滴定法；

——第2部分：砷含量的测定 DDTC-Ag分光光度法；

本文件的制定是基于供需双方的需求，描述了乙二醇锑的主成分锑含量的测定方法及其精密度。本文件对于保证乙二醇锑产品质量及减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷具有重要作用。

**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

1 范围

本文件描述了乙二醇锑中锑含量的测定方法。

本文件适用于乙二醇锑中锑含量的测定。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 硫酸（*ρ*1.84 g/mL）。

5.2盐酸（*ρ*1.19 g/mL）。

5.3盐酸（1+1）。

5.4溴酸钾标准滴定溶液[]。

a) 配制：称取2.80g溴酸钾于200mL烧杯中，加少量水溶解，转移至1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

b) 标定：称取四份 0.20 g （精确到0.0001 g）纯锑（*w*Sb≥99.99%]，分别置于四个 300 mL 锥形瓶中，以少量水润湿，加入 12 mL 硫酸（5.1），加热溶解至清亮，取下冷却。加入 40 mL 水、30 mL 盐酸（5.3），混匀，煮沸,加入两滴甲基橙指示剂（5.5），在保持溶液 80 ℃ ～ 90 ℃ 的温度下，用溴酸钾标准滴定溶液（5.4）滴至溶液的红色恰好消失，即为终点。

随同标定做空白试验。

按公式（1）计算溴酸钾标准滴定溶液（5.4）的实际浓度：

………………………………………………（1）

式中：

*c* ——溴酸钾标准滴定溶液（5.4）的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m* ——金属锑的质量，单位为克（g）；

*V1*——标定时，滴定锑溶液消耗溴酸钾标准滴定溶液（5.4）的体积，单位为毫升（mL）；

*V0* ——标定时，滴定空白溶液消耗溴酸钾标准滴定溶液（5.4）的体积，单位为毫升（mL）；

60.88 ——锑（1/2Sb）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

取四份标定结果的平均值为溴酸钾标准滴定溶液（5.4）的实际浓度，保留到小数点后第4位。平行标定所消耗溴酸钾标准滴定溶液（5.4）浓度的极差值不超过 0.0003 mol/L, 否则重新标定。

5.5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2cmX 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，沿杯内壁加入30 mL盐酸（5.3），充分摇动，低温加热使试料溶解清亮。

7.4.2加入40mL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（5.5），在保持溶液80℃～90℃的温度下，用溴酸钾标准滴定溶液（5.4）滴定，临近终点时，补加一滴甲基橙指示剂（5.5），继续滴定至溶液的红色恰好消失，即为终点。

8 试验数据处理

锑含量以锑的质量分数计，按公式（2）计算：

………………………………………（2）

式中：

*c*——溴酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*2——滴定试液消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*3——滴定空白溶液消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，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）。

计算结果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，在表2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（*r*）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *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，在表3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（*R*）

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

**10** 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——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。

附 录 A

（资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是在202X年由X家实验室对X个不同水平的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的样品在重复性条件下独立测定11次。测定的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

| 实验室 | 水平数 | Sb/% （n=11） | | | | | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

————————