团体标准

T/CNIA XXXX-20XX

锡酸锌化学分析方法

第1部分：锡含量的测定

碘酸钾滴定法

**Methods for chemical analysis of zinc stannate—**

**Part 1：Determination of tin content—**

**Potassium iodate titration**

**（预审稿）**

20XX-xx-xx发布 20XX一xx一xx实施

中国有色金属工业协会

**中 国 有 色 金 属 学 会**

**发布**

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局

中国国家标准化管理委员会

**发布**

**ICS 77.150.60**

**CCS H 62**

# 前 言

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。

本文件是T/CNIA XXXX-20XX《锡酸锌化学分析方法》的第3部分。T/CNIA XXXX-20XX 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：锌含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第3部分：氯含量的测定 氯化银比浊法；

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。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

锡酸锌化学分析方法

 第1部分：锡含量的测定

碘酸钾滴定法

1. 范围

本文件描述了采用碘酸钾滴定法测定锡酸锌中锡含量的方法。

本文件适用于锡酸锌中锡含量的测定，测定范围为40.00%~51.00%。

1. 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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

试料经盐酸溶解，用铁粉、金属铝将锡还原为二价锡，以淀粉为指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定试液呈蓝色为终点。

1. 试剂和材料

 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。

* 1. 金属锡(*w*Sn≥99.99%)。
	2. 还原铁粉(*w*Fe≥98.0%)。
	3. 金属铝(*w*Al＞99.5%)。
	4. 碘酸钾。
	5. 碘化钾。
	6. 无水碳酸钠。
	7. 盐酸。
	8. 盐酸(1+1)。
	9. 碘酸钾标准滴定溶液：[c(1/6KIO3)≈0.050 mol/L]。按以下步骤进行配置和标定：

a)配制：称取17.9 g碘酸钾(5.4)，溶于500 mL水中，加入89.5 g碘化钾(5.5)和10 g无水碳酸钠(5.6)，溶解后，用水稀释至10 L，摇匀，放置一周后标定。

b）标定：称取0.10 g金属锡(5.1)，精确至0.0001 g，置于300 mL锥形瓶中，加入1 g还原铁粉(5.2)，80 mL盐酸(5.8)，20 mL水，根据还原装置图（图1），用橡皮塞塞紧瓶口，低温加热至溶解完全，取下，稍冷，加入1.5 g金属铝(5.3)。充分摇动锥形瓶至大部分金属铝溶解，剩余少量铝时，加热煮沸至试液产生大气泡1 min。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，立即于试液中加入5 mL淀粉溶液(5.10)，用碘酸钾标准滴定溶液(5.9)滴定至浅蓝色为终点。随同做空白试验。

注: 采用盖氏漏斗作为还原装置进行标定时，称取0.10 g金属锡(5.1)， 精确至0.0001 g，置于300 mL锥形瓶中，加入1 g还原铁粉(5.2)，80 mL盐酸(5.8)，20 mL水，将锥形瓶置于电热板上，加热使锡完全溶解，取下稍冷，加入1 g金属铝(5.3)，充分摇动至大部分金属铝溶解后，再补加0.5 g金属铝(5.3)，用带橡皮塞的盖氏漏斗塞紧，在盖氏漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液(5.11)，充分摇动，待剩余少量金属铝时，加热至试液产生大气泡1 min，取下，于盖氏漏斗中补加少量饱和碳酸氢钠溶液(5.11)，置于流水中冷却至室温。取下锥形瓶，立即加入5 mL淀粉溶液(5.10)，用碘酸钾标准滴定溶液(5.9)滴定至浅蓝色为终点。随同做空白试验。

按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的浓度：

$c=\frac{m\_{0}}{59.35\left(V\_{1}−V\_{0}\right)×10^{−3}}$…………………………………(1)

式中：

*C* ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

*m*0——金属锡量，单位为克（g）；

*V*1——标定时，滴定锡标准所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

*V*0——标定时，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)；

59.35——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1.5×10 -4 mol/L时，取其平均值，否则重新标定。

* 1. 淀粉溶液(10 g/L)。

称取1 g可溶性淀粉置于300 mL烧杯中，加20 mL水，调成浆状，搅拌下加入20 mL氢氧化钠溶液(25 g/L)，搅拌溶解，加入60 mL水。

* 1. 饱和碳酸氢钠溶液。

煮沸5分钟去除溶解氧，冷却后使用。

* 1. 二氧化碳气体。
1. 仪器设备

还原装置见图1。



标引序号说明：

1——橡皮塞；

2，3——玻璃管；

4——橡皮管；

5——300 mL锥形瓶。

图1 还原装置

1. 样品

样品密封包装。

1. 试验步骤
	1. 试料

称取0.25g样品，精确至0.0001g。

* 1. 平行试验

 独立地进行两次测定，取其平均值。

* 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 测定
		1. 将试料(8.1)置于300 mL锥形瓶中，加入1 g还原铁粉(5.2)，100 mL盐酸(5.8)。
		2. 根据还原装置图（图1）中，用橡皮塞塞紧瓶口，低温加热至溶解完全，取下，稍冷。加入1.5 g金属铝(5.3)，充分摇动锥形瓶，待剧烈反应后剩余少量铝时，加热煮沸至试液产生大气泡1 min左右，在二氧化碳气体保护下，将锥形瓶放入流水中冷却至室温。

注:采用盖氏漏斗作为还原装置时，将锥形瓶置于电热板上低温加热至试料和铁粉完全溶解，加入1 g金属铝(5.3)，充分摇动至铝大部分溶解后，再补加0.5 g金属铝，用带橡皮塞的盖氏漏斗塞紧，在盖氏漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液（5.11），充分摇动，待剩余少量铝时，加热至试液产生大气泡1 min，取下，于盖氏漏斗中补加少量饱和碳酸氢钠，流水冷却至室温。

* + 1. 取下锥形瓶，立即加入5 mL淀粉溶液(5.10)，用碘酸钾标准滴定溶液(5.9)滴定至浅蓝色为终点。
1. 试验数据处理

锡的含量以锡的质量分数*w*Sn计，按公式(2)计算：

 $w\_{Sn}=\frac{c∙\left(V\_{2}−V\_{3}\right)×59.35×10^{−3}}{m}×100 $ .…………………….………(2)

式中：

*C*——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

*V*2——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*3——测定时，滴定空白试液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

*m*——试料的质量，单位为克(g)；

59.35——锡(1/2Sn)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两位，按照GB/T 8170规定修约。

1. 精密度
	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3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3数据采用线性内插法或外延法求得。

1. 重复性限（*r*）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量分数*w*Sn/% | 45.80 | 47.36 | 48.85 |
| 重复性限(r)/% | 0.22 | 0.25 | 0.26 |

* 1. 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4给出的平均值范围内，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4数据采用线性内插法或外延法求得。

1. 再现性限（*R*）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量分数*w*Sn/% | 45.80 | 47.36 | 48.85 |
| 再现性限(R)/% | 0.30 | 0.34 | 0.45 |

1. 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——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；

——测定中观察到的异常现象；

——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2023年由X家实验室对锡含量的X个不同水平进行共同试验确定的，每个实验室对每个水平锡含量在重复性条件下独立测定X次。精密度实验结果的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | n | 锡的质量分数% |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 |
| 1 | 1 |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |
| 注：双星号（\*\*）表示离群值。 |