



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.10—2020
代替 GB/T 20975.10—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 10 部分：锡含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 10: Determination of tin content

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 个部分：

- 第 1 部分：汞含量的测定；
- 第 2 部分：砷含量的测定；
- 第 3 部分：铜含量的测定；
- 第 4 部分：铁含量的测定；
- 第 5 部分：硅含量的测定；
- 第 6 部分：镉含量的测定；
- 第 7 部分：锰含量的测定；
- 第 8 部分：锌含量的测定；
- 第 9 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：钛含量的测定；
- 第 13 部分：钒含量的测定；
- 第 14 部分：镍含量的测定；
- 第 15 部分：硼含量的测定；
- 第 16 部分：镁含量的测定；
- 第 17 部分：锶含量的测定；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：钴含量的测定；
- 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法；
- 第 21 部分：钙含量的测定；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：铈含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 27 部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 30 部分：氢含量的测定 加热提取热导法；
- 第 31 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 32 部分：铋含量的测定；
- 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 34 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 35 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 36 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 37 部分：铌含量的测定。

本部分为 GB/T 20975 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.10—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 10 部分：锡含量的测定》，与 GB/T 20975.10—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了标准使用安全警示；
- 修改了“范围”，苯基荧光酮分光光度法测定范围扩展为 0.005 0%~2.00%，碘酸盐滴定法测定范围扩展为 0.35%~55.00%，增加了苯基荧光酮分光光度法的不适用性（见第 1 章，2008 年版的第 1 章、第 10 章）；
- 增加了“规范性引用文件”（见第 2 章）；
- 增加了“术语和定义”（见第 3 章）；
- 修改了“苯基荧光酮分光光度法”的精密度（见 4.7，2008 年版的第 8 章）；
- 修改了“碘酸钾滴定法”（见第 5 章，2008 年版的第 10 章~第 16 章）；
- 删除了“质量保证与控制”（见 2008 年版的第 9 章）；
- 增加了试验报告（见第 6 章）。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：东北轻合金有限责任公司、华南理工大学、有色金属技术经济研究院、西安汉唐分析检测有限公司、昆明冶金研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、内蒙古锦联铝材有限公司、中铝瑞闽股份有限公司、忠世高新材料股份有限公司。

本部分主要起草人：李文志、戴凤英、席欢、向兴华、崔爽、刘维理、傅饶、王安迪、兰万贵、原建昌、杨军红、兰政、杨瑞青、万芒、周兵、杨伟、吴庆春、宋国胜、柳青、邹德玲、王伊娜、单丽萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.10—1986、GB/T 6987.10—2001；
- GB/T 20975.10—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第 10 部分:锡含量的测定

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

1 范围

GB/T 20975 的本部分规定了苯基荧光酮分光光度法和碘酸钾滴定法测定铝及铝合金中锡含量。

本部分适用于铝及铝合金中锡含量的仲裁测定。苯基荧光酮分光光度法测定范围:0.005 0%~2.00%;碘酸钾滴定法测定范围:0.35%~55.00%。

本部分中苯基荧光酮分光光度法不适用于铋质量分数>0.20%或镁质量分数>4.0%铝合金的测定。

注:锡质量分数为>0.35%~2.00%时,采用碘酸钾滴定法为仲裁方法。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分:化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

4 苯基荧光酮分光光度法

4.1 方法提要

试料用硫酸溶解,过滤回收残渣中锡。在硫酸介质中,用抗坏血酸还原铁,动物胶溶液为分散剂,以苯基荧光酮显色,于分光光度计波长 510.0 nm 处测量其吸光度,以此测定锡含量。

当钛质量分数>0.015%时,空白中加入与试料中等量钛抵消其影响;当锆质量分数>0.015%时,空白中加入与试料中等量锆抵消其影响。

4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

4.2.1 纯铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$)。

4.2.2 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)。

4.2.3 氢氟酸($\rho = 1.14 \text{ g/mL}$)。

4.2.4 过氧化氢($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$)。

4.2.5 硫酸(4.0 mol/L):取 225 mL 硫酸(4.2.2)于慢慢倒入水中,冷却,以水稀释至 1 000 mL,用氢氧化钠溶液(4.0 mol/L)标定。

4.2.6 硫酸(1+9)。

4.2.7 硝酸(1+1)。

4.2.8 酒石酸溶液(50 g/L)。

4.2.9 抗坏血酸溶液(20 g/L),用时现配。

4.2.10 动物胶溶液(2.5 g/L),用时现配。

4.2.11 苯基荧光酮溶液(0.3 g/L):称取 0.300 g 苯基荧光酮溶于 500 mL 无水乙醇中,加入 30 mL 硫酸(4.2.5)、20 mL 水,放置一天,过滤于 1 000 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,混匀。

4.2.12 铝溶液(2.5 mg/mL):称取 0.625 0 g 纯铝(4.2.1),置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 24.5 mL 的硫酸(4.2.5),加热至完全溶解,冷却。移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.13 锡标准贮存溶液:优先使用有证标准溶液配制。或称取 0.200 0 g 锡($w_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 10.0 mL 硫酸(4.2.2),加热至完全溶解,继续加热至冒白烟,冷却。加入 25.0 mL 硫酸(4.2.2),以硫酸(4.2.6)洗入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(4.2.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 锡。

4.2.14 锡标准溶液:移取 12.50 mL 锡标准贮存溶液(4.2.13)于 500 mL 容量瓶中,用硫酸(4.2.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 锡。

4.2.15 钛溶液:称取 0.100 0 g 钛($w_{\text{Ti}} \geq 99.9\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(4.2.2)加热至完全溶解,冷却。移入盛有 200 mL 水的 400 mL 烧杯中,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 钛。

4.2.16 锆溶液:称取 0.100 0 g 锆($w_{\text{Zr}} \geq 99.9\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(4.2.2)加热至完全溶解,冷却。移入盛有 200 mL 水的 400 mL 烧杯中,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锆。

4.3 仪器

分光光度计。

4.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

按表 1 称取相应质量(m_0)的试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

表 1

锡质量分数 w_{Sn} %	试料质量 m_0 g	加入硫酸(4.2.5) mL	样品溶液总体积 V_0 mL	移取样品溶液体积 V_1 mL	补加硫酸(4.2.5) mL
0.005 0~0.040	0.25	19.0	100	20.00	—
>0.040~0.10				5.00	2.40
>0.10~0.50	0.20	42.0	250	5.00	2.40

表 1 (续)

锡质量分数 w_{Sn} %	试料质量 m_0 g	加入硫酸(4.2.5) mL	样品溶液总体积 V_0 mL	移取样品溶液体积 V_1 mL	补加硫酸(4.2.5) mL
>0.50~1.00	0.20	42.0	500	5.00	2.70
>1.00~2.00	0.10	42.0	500	5.00	2.70

4.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

4.5.3 空白试验

按表 1 称取相应质量的纯铝(4.2.1),精确至 0.000 1 g。随同试料做空白试验。当试料中钛质量分数>0.015%时,加入与试料等量的钛溶液(4.2.15)。当试料中锆质量分数>0.015%时,加入与试料等量的锆溶液(4.2.16)。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 100 mL 烧杯中,盖上表皿。按表 1 加入硫酸(4.2.5),待剧烈反应停止后,加入数滴过氧化氢(4.2.4),缓慢加热至试料完全溶解。按照表 1,用慢速定量滤纸过滤于相应的容量瓶(V_0)中,以水洗涤烧杯和沉淀 8 次~10 次。

4.5.4.2 将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,烘干后于 500 ℃~600 ℃灰化完全(勿使滤纸燃着),冷却。加入 5 滴~6 滴硫酸(4.2.5),2 mL 氢氟酸(4.2.3),滴加硝酸(4.2.7)至溶液清亮,加热蒸发至无白烟,于 700 ℃灼烧数分钟,冷却。加入数滴硫酸(4.2.5),洗入少量水,加热至残渣完全溶解(必要时过滤),将此溶液合并于容量瓶(V_0)中,以水稀释至刻度,混匀。

4.5.4.3 按表 1 移取相应体积(V_1)的样品溶液(4.5.4.2)于 50 mL 容量瓶中并补加硫酸(4.2.5),加入 2 mL 酒石酸溶液(4.2.8),5 mL 抗坏血酸溶液(4.2.9),2 mL 动物胶溶液(4.2.10),2.5 mL 苯基荧光酮溶液(4.2.11)。以水稀释至刻度,混匀。放置 40 min。

4.5.4.4 将部分样品溶液(4.5.4.3)移入吸收池中,以空白试验(4.5.3)为参比,于分光光度计波长 510.0 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锡质量(m_1)。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 锡标准溶液(4.2.14)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 20.0 mL 铝溶液(4.2.12),依次补加 1.90 mL、1.60 mL、1.40 mL、1.00 mL、0.50 mL 和 0 mL 硫酸(4.2.5)。

4.5.5.2 于容量瓶中依次加入 2 mL 酒石酸溶液(4.2.8)、5 mL 抗坏血酸溶液(4.2.9)、2 mL 动物胶溶液(4.2.10)、2.5 mL 苯基荧光酮溶液(4.2.11)。以水稀释至刻度,混匀。放置 40 min。

4.5.5.3 将部分标准溶液(4.5.5.2)移入吸收池中,以试剂空白溶液(不加锡标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 510.0 nm 处测量其吸光度。以锡质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

锡含量以锡质量分数 w_{Sn} 计,按式(1)计算:

$$w_{\text{Sn}} = \frac{m_1 V_0}{m_0 V_1 \times 10^3} \times 100\%$$

.....(1)

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得锡的质量，单位为毫克(mg)；

V_0 ——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0 ——试料的质量，单位为克(g)；

V_1 ——移取试液的体积，单位为毫升(mL)。

锡质量分数 $w_{\text{Sn}} < 1.00\%$ 时，计算结果保留两位有效数字；锡质量分数 $w_{\text{Sn}} \geq 1.00\%$ 时，计算结果表示至小数点后两位数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.7 精密度

4.7.1 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，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

$w_{\text{Sn}} / \%$	0.004 3	0.027	0.35	2.05
$r / \%$	0.000 6	0.003	0.02	0.03

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下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 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

$w_{\text{Sn}} / \%$	0.004 3	0.027	0.35	2.05
$R / \%$	0.000 8	0.005	0.03	0.08

5 碘酸钾滴定法

5.1 方法提要

试料用硫酸、氢氟酸分解。在盐酸、硫酸溶液中，用铁粉和铝片为还原剂，以淀粉作指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定试液呈浅蓝色为终点，以测定锡含量。

5.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.2.1 铁粉($w_{\text{Fe}} \geq 99\%$, $w_{\text{Sn}} \leq 0.001\%$)。

5.2.2 铝片($w_{\text{Al}} \geq 99.7\%$, $w_{\text{Sn}} \leq 0.001\%$)。

5.2.3 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)。

5.2.4 氢氟酸($\rho = 1.14 \text{ g/mL}$)。

5.2.5 过氧化氢($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$)。

5.2.6 盐酸(1+1)。

5.2.7 硫酸(1+1)。

5.2.8 碳酸氢钠饱和溶液。

5.2.9 锡标准溶液($c_0 = 1 \text{ mg/mL}$): 优先使用有证标准溶液配制。或称取 0.5000 g 锡($w_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$), 置于 250 mL 烧杯中, 加入 20 mL 硫酸(5.2.3), 盖上表面皿, 加热至锡完全溶解, 冷却, 加水 20 mL , 边加边摇动。缓慢加入 100 mL 盐酸(5.2.6)溶解盐类, 冷却后用盐酸(1+4)将溶液移入 500 mL 容量瓶中并稀释至刻度, 混匀。

5.2.10 碘酸钾标准滴定溶液 A [$c_1(1/6\text{KIO}_3) \approx 0.01 \text{ mol/L}$]:

——配制: 称取 0.36 g 碘酸钾、 9 g 碘化钾、 0.3 g 氢氧化钠置于 500 mL 烧杯中, 加入 200 mL 水, 加热至完全溶解, 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。

——标定: 移取 3 份体积(V_2)为 25.00 mL 锡标准溶液(5.2.9), 分别置于 500 mL 锥形瓶中加入 40 mL 硫酸(5.2.7), 以下按 5.4.4.4~5.4.4.5 进行操作。平行标定所消耗的碘酸钾标准滴定溶液 A(5.2.10)体积的极差应不大于 0.10 mL , 取其平均值(V_3)。

同时用另一盛有 50 mL 水的 500 mL 锥形瓶随同做空白试验, 记录滴定所消耗的碘酸钾标准滴定溶液 A(5.2.10)体积(V_4)。

——计算: 按式(2)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c_1(1/6\text{KIO}_3) = \frac{c_0 V_2}{59.34 \times (V_3 - V_4)} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_0 ——锡标准溶液(5.2.9)的质量浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_2 ——移取锡标准溶液(5.2.9)的体积, 单位为毫升(mL);

59.34 ——锡的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);

V_3 ——标定时, 滴定锡标准溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_4 ——标定时, 滴定空白溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

计算结果保留四位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.2.11 碘酸钾标准滴定溶液 B [$c_2(1/6\text{KIO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$]:

——配制: 称取 1.81 g 碘酸钾、 9 g 碘化钾、 0.3 g 氢氧化钠置于 500 mL 烧杯中, 加入 200 mL 水, 加热至完全溶解, 用玻璃棉将溶液过滤于 1000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

——标定: 移取 3 份质量(m_2)为 0.1000 g 锡($w_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$), 分别置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 20 mL 硫酸(5.2.3)加热至冒浓厚白烟, 使金属锡完全溶解, 取下、冷却, 沿瓶壁吹洗并加入 50 mL 水, 以下按 5.4.4.4~5.4.4.5 进行操作。平行标定所消耗的碘酸钾标准滴定溶液 B(5.2.11)体积的极差应不大于 0.15 mL , 取其平均值(V_5)。

同时用另一盛有 50 mL 水的 500 mL 锥形瓶随同做空白试验, 记录滴定所消耗的碘酸钾标准滴定溶液 B(5.2.11)体积(V_6)。

——按式(3)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c_2(1/6\text{KIO}_3) = \frac{m_2 \times 10^3}{59.34 \times (V_5 - V_6)} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——称取金属锡的质量, 单位为克(g);

V_5 ——标定时, 滴定锡标准溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_6 ——标定时, 滴定空白溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

计算结果表示四位有效小数。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.2.12 淀粉溶液 A(5 g/L): 称取 0.5 g 可溶性淀粉于 250 mL 烧杯中, 加入 100 mL 沸水, 搅拌、煮沸、

冷却(用时现配)。

5.2.13 淀粉溶液 B(5 g/L):称取 0.5 g 可溶性淀粉于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 沸水,搅拌、煮沸、冷却,加入 3 g 碘化钾,搅拌至溶解,混匀(用时现配)。

5.3 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5.4 分析步骤

5.4.1 试料

按表 4 称取一定质量(m_3)的试样(5.3),精确至 0.000 1 g。

表 4

锡质量分数 w_{Sn} %	试料质量 m_3 g	标准滴定溶液	淀粉溶液
0.35~2.50	1.00	碘酸钾标准滴定溶液 A (5.2.10)	淀粉溶液 B(5.2.13)
>2.50~5.00	0.50		
>5.00~10.00	0.25		
>10.00~20.00	0.50	碘酸钾标准滴定溶液 B (5.2.11)	淀粉溶液 A(5.2.12)
>20.00~40.00	0.25		
>40.00~55.00	0.20		

5.4.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.4.3 空白试验

随同试料(5.4.1)做空白试验。记录消耗碘酸钾标准滴定溶液(5.2.10 或 5.2.11)的体积(V_8)。

5.4.4 测定

5.4.4.1 将试料(5.4.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中。

5.4.4.2 加少许水,缓慢加入 40 mL 硫酸(5.2.7),待剧烈反应停止后,加热至试料溶解完全,滴加几滴过氧化氢(5.2.5)。缓慢分次加入 20 mL 氢氟酸(5.2.4),继续加热至冒硫酸烟,取下冷却。用水吹洗杯壁,再次加热至冒硫酸烟,可重复 1 次~2 次,取下冷却。用水吹洗杯壁,加入 25 mL 水。

5.4.4.3 当试样中铜质量分数 $\leq 1.00\%$ 时,加入 100 mL 盐酸(5.2.6),加热溶解盐类,加入 1 g 铁粉(5.2.1),加热使铁粉溶解,冷却后用少量盐酸(5.2.6)将溶液转移至 500 mL 锥形瓶中,加水至样品溶液体积约 150 mL。当试样中铜质量分数 $> 1.00\%$ 时,加入 100 mL 盐酸(5.2.6)、1 g~2 g 铁粉(5.2.1),加热煮沸至沉淀凝聚并残留少量铁粉,稍冷,用快速滤纸过滤于 500 mL 锥形瓶中,以盐酸(5.2.6)洗涤烧杯及沉淀 6 次~7 次,加水至样品溶液体积约 150 mL。

5.4.4.4 加入 2 g 铝片(5.2.2),待剧烈反应平静后,盖上盛有碳酸氢钠饱和溶液(5.2.8)的盖氏漏斗,加热煮沸数分钟,使铝片完全溶解,取下,流水冷却至室温,在冷却过程中随时补充碳酸氢钠饱和溶液(5.2.8),以隔绝空气。

5.4.4.5 取下盖氏漏斗,向锥形瓶中倒入少许盖氏漏斗中留存的碳酸氢钠饱和溶液(5.2.8),按表 4,迅速加入 5 mL 淀粉溶液(5.2.12 或 5.2.13),空白试验溶液中加入 5 mL 淀粉溶液 B(5.2.13),立即用碘酸钾标准滴定溶液(5.2.10 或 5.2.11)滴定溶液恰呈浅蓝色为终点。记录消耗碘酸钾标准滴定溶液(5.2.10 或 5.2.11)的体积(V_7)。

5.5 试验数据处理

锡含量以锡质量分数 w_{Sn} 计,按式(4)计算:

$$w_{\text{Sn}} = \frac{c(1/6\text{KIO}_3)(V_7 - V_8) \times 10^{-3} \times 59.34}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:
 $c(1/6\text{KIO}_3)$ ——碘酸钾标准滴定溶液(5.2.10 或 5.2.11)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_7 ——试料溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_8 ——空白溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
59.34——锡的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
 m_3 ——试料的质量,单位为克(g)。

锡质量分数<1.00%时,计算结果保留两位有效数字;锡质量分数≥1.00%时,计算结果表示到小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 的 3.2、3.3。

5.6 精密度

5.6.1 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,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 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

$w_{\text{Sn}}/\%$	0.35	2.06	6.04	19.87	33.24	54.04
$r/\%$	0.03	0.16	0.25	0.31	0.38	0.48

5.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下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 6 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 6

$w_{\text{Sn}}/\%$	0.35	2.06	6.04	19.87	33.24	54.04
$R/\%$	0.04	0.17	0.27	0.33	0.40	0.50

6 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- a) 本部分编号、名称及所使用的方法；
 - b) 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；
 - c) 以适当的形式表达试验结果；
 - d) 试验过程中出现的异常现象；
 - e) 审核、批准等人员的签名。
-