

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 716.5—2009

黑铜化学分析方法 第5部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of low grade blister—
Part 5: Determination of tin content—
Potassium iodate titration

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 716—2009《黑铜化学分析方法》共分 6 部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 2 部分：金和银量的测定 火试金法；
- 第 3 部分：铋、镍、铅、锑和锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：砷量的测定 碘量法；
- 第 5 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 6 部分：砷、铋、镍、铅、锑、锡、锌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 716 的第 5 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位：广州有色金属研究院。

本部分参加起草单位：铜陵控股集团有限公司、江西铜业集团公司。

本部分主要起草人：戴凤英、刘天平、黄葡英、樊占芳、周卫平。

黑铜化学分析方法

第5部分：锡量的测定

碘酸钾滴定法

1 范围

YS/T 716 的本部分规定了黑铜中锡量的测定方法。

本部分适用于黑铜中锡量的测定。测定范围： $>0.50\% \sim 5.00\%$ 。

2 方法提要

试料用盐酸与过氧化氢溶解，用氢氧化铁共沉淀从铜中分离锡。在盐酸溶液中，以氯化汞作催化剂，用次磷酸钠将四价锡还原为二价锡，以淀粉为指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定。

3 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(1+1)。

3.2 过氧化氢。

3.3 氨水(1+1)。

3.4 三氯化铁溶液(10 g/L)。

3.5 洗涤液：溶解 0.5 g 氯化铵于水中，加 50 mL 氨水(3.3)，以水稀释至 1 000 mL。

3.6 氯化汞溶液(5 g/L)。

3.7 次磷酸钠溶液(600 g/L)。

3.8 硫氰酸铵溶液(500 g/L)。

3.9 碘化钾溶液(100 g/L)。

3.10 碳酸氢钠饱和溶液。

3.11 碘酸钾标准滴定溶液： $(c_{1/5KIO_3} = 0.03 \text{ mol/L}; c_{1/6KIO_3} = 0.012 \text{ mol/L})$ 。

3.11.1 配制

3.11.1.1 碘酸钾标准滴定溶液： $(c_{1/5KIO_3} = 0.03 \text{ mol/L})$ 。

称取 1.1 g 碘酸钾，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。

3.11.1.2 碘酸钾标准滴定溶液： $(c_{1/6KIO_3} = 0.012 \text{ mol/L})$ 。

移取 200.00 mL 碘酸钾标准滴定溶液(3.11.1.1)于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.11.2 标定

称取 2.000 g 铜(铜的质量分数 $\geq 99.95\%$)、0.020 0 g 金属锡(锡的质量分数 $\geq 99.95\%$)置于 400 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸(3.1)，盖上表皿，加入 5 mL 过氧化氢(3.2)，待铜、锡溶解后用水洗涤表皿，加 100 mL 水，加热 5 min。以下按 6.4.2~6.4.4 进行。另称取 2.000 g 铜(铜的质量分数 $\geq 99.95\%$)1 份，随同标定做空白试验。平行测定三份，其标定所消耗的碘酸钾标准滴定溶液体积的极差不应超过 0.20 mL，取其平均值，否则重新标定。

按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度。

$$c = \frac{2 \times m_1}{(V_1 - V_0) \times 118.69 \times 10^{-3}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

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)；
- V_1 ——标定含锡溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_0 ——标定空白溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- m_1 ——锡的质量，单位为克(g)；

118.69——锡的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

3.12 淀粉溶液(5 g/L)：称取 0.5 g 可溶性淀粉置于 200 mL 烧杯中，加水少许，搅匀，将其倒入 100 mL 沸水中，煮沸，冷却。

3.13 碳酸钙。

4 仪器

锡还原装置，见图 1。

单位为毫米

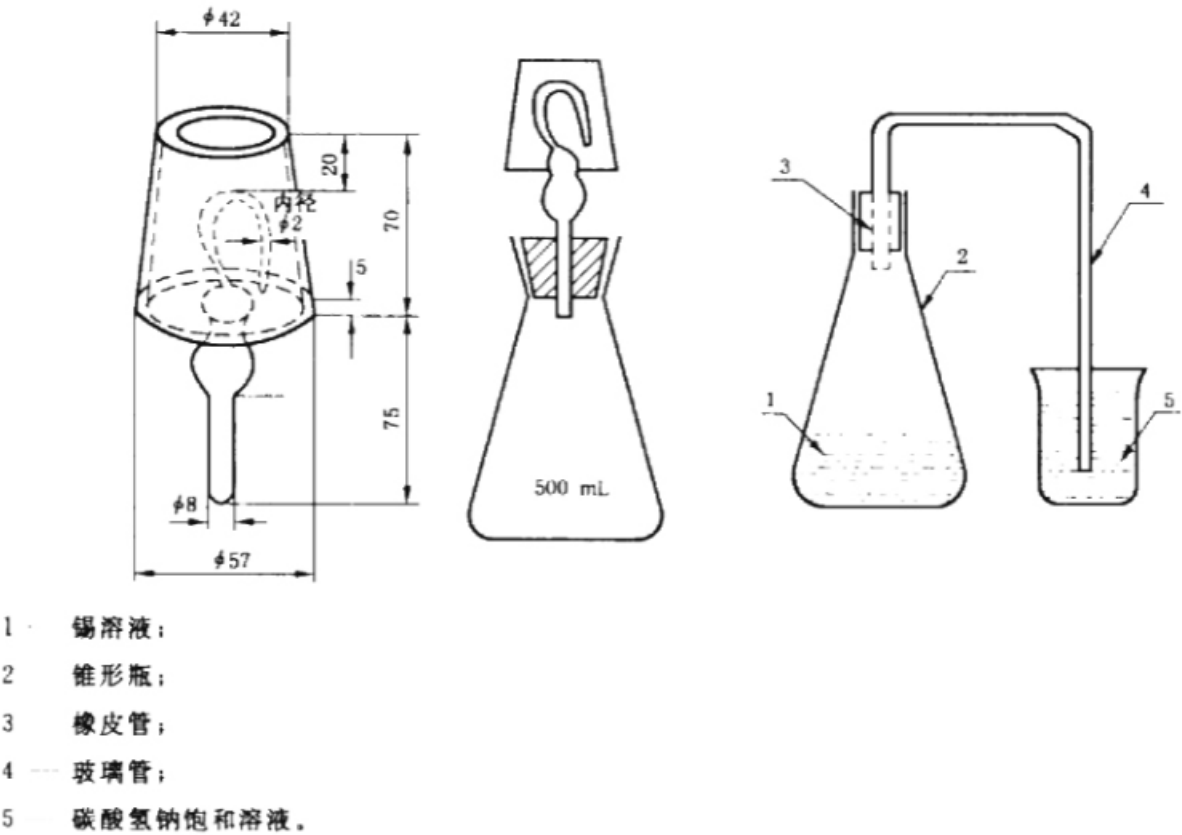


图 1 锡还原装置示意图

5 试料

试样粒径如不能全部小于 0.44 mm，可分为筛上、筛下两部分，筛上部分粒径不大于 2 mm，筛下部分粒径不大于 0.44 mm。

6 分析步骤

6.1 试料

按筛分后的质量比合称 2 g，精确至 0.000 1 g。
独立地进行两次测定，取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料置于 400 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.1),盖上表皿,加入 5 mL 过氧化氢(3.2),待试料完全溶解后,用水洗涤表皿,加 100 mL 水,加热 1 min。

6.3.2 加入 5 mL 三氯化铁溶液(3.4),用氨水(3.3)中和至铜离子转为铜氨络离子并过量 5 mL,盖上表皿,煮沸 2 min。趁溶液温热时,用中速定量滤纸过滤,用温热洗涤液洗涤 3~4 次,弃去滤液。

6.3.3 用 90 mL 温盐酸(3.1)溶解杯壁及滤纸上的沉淀,并洗涤滤纸,再用温水洗涤烧杯及滤纸 4~5 次,将滤液收集于 500 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 氯化汞溶液(3.6)、10 mL 次磷酸钠溶液(3.7),按示意图盖上装有碳酸氢钠饱和溶液(3.10)的盖氏漏斗塞子,或按示意图将锥形瓶塞子的另一端插入盛有碳酸氢钠饱和溶液的杯中,煮沸 5 min,稍冷,再冷却至 15℃ 以下。如果在溶液开始沸腾时,有棕色的砷沉淀在黑色的金属汞沉淀之前出现,则只煮沸 1 min,取下塞子,趁溶液热时,用 G3 型古氏坩埚过滤于另一只 500 mL 锥形瓶中,用少量盐酸(3.1)洗涤坩埚,向溶液中加入 5 mL 氯化汞溶液(3.6),再按示意图盖上盛有饱和碳酸氢钠溶液(3.10)的盖氏漏斗塞子,或按示意图将锥形瓶塞子的另一端插入盛有碳酸氢钠饱和溶液(3.10)的杯中,煮沸 5 min,稍冷,再冷却至 15℃ 以下。

6.3.4 取下盖氏漏斗的塞子,迅速加入 10 mL 硫氰酸铵溶液(3.8),5 mL 碘化钾溶液(3.9),10 mL 淀粉溶液(3.12),1 g~2 g 碳酸钙(3.13),用碘酸钾标准滴定溶液(3.11)滴定至试液呈蓝色并至少稳定 20 s 为终点,记录所消耗的体积。

7 分析结果的计算

锡含量以锡的质量分数 w_{Sn} 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w_{\text{Sn}} = \frac{c \cdot (V_1 - V_0) \times 118.69 \times 10^{-3}}{2 \times m_0} \times 100 \quad (2)$$

式中:

c ——碘酸钾标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——测定时滴定试液所消耗碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——测定时滴定空白溶液所消耗碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

118.69——锡的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至小数点后第二位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值,在表 1 给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 5% 为前提,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得,也可用重复性方程求得。

表 1 重复性

$w_{\text{Sn}} / \%$	0.50	0.80	1.20	4.06
$r / \%$	0.056	0.070	0.086	0.15

8.2 再现性

在再现性条件下获得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大于再现性限(R),以大于再现性限(R)的情况不超过 5% 为前提,再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法求得,也可用再现性方程求得。

表 2 再现性

$w_{\text{Sn}}/\%$	0.50	0.80	1.20	4.06
$R/\%$	0.060	0.080	0.10	0.20

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。



YS/T 716.5-2009

版权专有 侵权必究

书号:155066·2-20538

定价: 14.00 元