

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

中华人民共和国有色金属
行业标准
黑铜化学分析方法
第5部分:锡量的测定
碘酸钾滴定法
YS/T 716.5—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

*

书号:155066·2-20538

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

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: $(c_{1/6\text{KIO}_3} = 0.03 \text{ mol/L}; c_{1/6\text{KIO}_3} = 0.012 \text{ mol/L})$ 。

3.11.1 配制

3.11.1.1 碘酸钾标准滴定溶液: $(c_{1/6\text{KIO}_3} = 0.03 \text{ mol/L})$ 。

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: $(c_{1/6\text{KIO}_3} = 0.012 \text{ mol/L})$ 。

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。

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