

GB/T 1819.2—2004

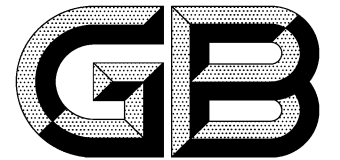
表 2

%

$w(\text{Sn})$	允许差
>30.00~40.00	0.35
>40.00	0.40

GB/T 1819.2—2004

ICS 73.060  
D 41



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.2—2004  
代替 GB/T 1820—1979

## 锡精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—Determination  
of tin content—The potassium iodate titrimetric method



GB/T 1819.2—2004

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-20967

定价: 8.00 元

2004-02-05 发布

2004-07-01 实施

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

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 2 g 氯酸钾、20 mL 盐酸(3.11),低温加热分解 20 min。

6.4.2 加 60 mL 盐酸(3.15)、1 g 硫酸联胺及 0.3 g 溴化钾,加热蒸发 50 min 以上,在蒸发过程中应补加盐酸(3.15),保持体积 30 mL 左右。取下稍冷,盖上表皿,滴加过氧化氢至出现棕红色的溴气。加 10 mL EDTA 溶液、5 mL 硫酸铍溶液,以氨水中和至 pH9~10。以慢速滤纸加少许纸浆过滤,以氨水-硝酸铵洗液洗涤沉淀 7~8 次,并用带橡皮头的玻璃棒仔细擦洗烧杯,将沉淀全部移至滤纸上。再将沉淀连同滤纸移入 5 mL 高型刚玉坩埚(或瓷坩埚)中,烘干,灰化,冷却。

注:当试样中含砷量小于 10 mg、含铜量小于 1 mg、含三氧化钨量小于 10 mg、含锡量小于 2.5 mg 时,可省去 6.4.1~6.4.2 条操作,直接将试料(6.1)置于盛有 2 g 混合熔剂的 5 mL 坩埚中,以下按 6.4.3~6.4.6 条操作。

6.4.3 加入 2 g 锌粉-硼砂-硼酸混合熔剂于坩埚中,用细玻璃棒小心搅匀,并用小毛刷扫净细玻璃棒,覆盖 1 g 混合熔剂,加盖 1 g 氯化钠,移入已升温至 750℃ 箱式电阻炉中,升温至 820℃ 熔融 30 min,取出,冷却。

6.4.4 将坩埚移入预先加有 1 g 还原铁粉、1 滴碘化钾溶液、100 mL 盐酸(3.15)的 300 mL 锥形瓶中,连接于还原台上,用还原装置图中的橡皮塞塞紧试液瓶口,加热至熔块和铁粉溶解,通入纯二氧化碳气(市售)15 s。

注:还原装置也可用盖氏漏斗,按下述步骤进行:加入 100 mL 水,70 mL 盐酸,2.0 g 铝粒,盖上盛有碳酸氢钠饱和溶液的盖氏漏斗塞子,加热煮沸数分钟,待溶液澄清后,急速流水冷却至室温,在冷却过程中,须随时注意补充碳酸氢钠饱和溶液,以隔绝空气。

6.4.5 加入 1 g 铝粒,充分摇动锥形瓶,待剧烈反应过后剩余少量铝时,加热煮沸至大气泡产生,在二氧化碳气体保护下,将锥形瓶置于流水中冷却至室温。

6.4.6 取下试液瓶的橡皮塞。立即于试液中加入 5 mL 淀粉溶液(3.21.1),空白溶液中加入 5 mL 淀粉溶液(3.21.2);用碘酸钾标准滴定溶液滴定至试液呈浅蓝色即为终点。

7 分析结果的计算

按式(2)计算锡的含量  $w(\text{Sn})(\%)$ :

$$w(\text{Sn}) = \frac{c(V_s - V_0) \times 59.355}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $c$ ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);
- $V_s$ ——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);
- $V_0$ ——测定时,滴定空白试验溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);
- 59.355——锡(1/2Sn)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至两位小数。

8 精密度

8.1 重复性条款

$w(\text{Sn})(\%)$ :	33.6	55.0	63.0
$r(\%)$ :	0.28	0.34	0.38

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

中华人民共和国  
国家标准  
锡精矿化学分析方法  
锡量的测定 碘酸钾滴定法

GB/T 1819.2—2004

\*

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.bzcb.com

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 10 千字  
2004 年 6 月第一版 2004 年 6 月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-20967 定价 8.00 元

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

按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m}{59.355 \times (V_1 - V_0)} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c$ ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

$m$ ——称取金属锡的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——标定时,滴定金属锡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);

59.355——锡(1/2Sn)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

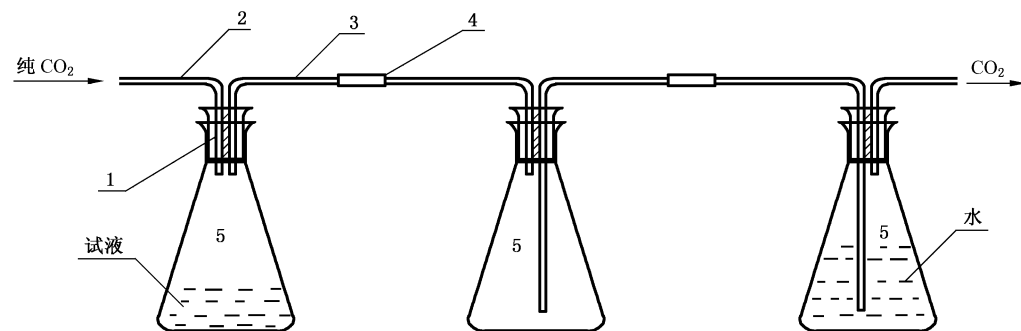
平行标定三份,其极差值不大于  $1 \times 10^{-7}$  mol/mL 时,取其平均值,否则重新标定。

3.21 淀粉溶液(5 g/L)

3.21.1 称取 2.5 g 可溶性淀粉,置于 50 mL 烧杯中,称取 1 g 氢氧化钠置于盛有约 50 mL 蒸馏水的烧杯中,摇动溶解后,立即用少量水将可溶性淀粉移入氢氧化钠溶液中,摇动至试液清亮,用水稀释至 500 mL,混匀。

3.21.2 取 50 mL 淀粉溶液(3.21.1),置于 250 mL 烧杯中,加入 3 g 碘化钾,摇动至溶解(用时现配)。

4 还原装置(见图 1)



- 1——橡皮塞;
- 2、3——玻璃管;
- 4——橡皮管;
- 5——300 mL 锥形瓶。

图 1 还原装置图

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

5.2 试样应在  $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  烘箱中烘 1 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

前 言

本标准是对 GB/T 1820—1979《锡精矿中锡量的测定 铍载-过氧化钠熔融碘量法》的修订。

本标准与 GB/T 1820—1979 相比,主要有如下变动:

——采用还原性熔剂锌粉-硼砂-硼酸熔融分解锡精矿;

——扩大了直接测定的杂质元素允许量;

——测定范围修订为: $>30.00\%$ 。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1820—1979。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司起草。

本标准由柳州华锡集团有限责任公司、广西平桂飞碟公司冶炼厂、湖南香花岭锡业有限责任公司参加起草。

本标准主要起草人:张红玲、杨自华、白健、高青、王燕玲、万琼蓉。

本标准主要验证人:韦师、赵志海、李洁、冼福志。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 1820—1979。