

JB/T 8063.5—2011

ICS 77.160
H 72
备案号: 34864—2012

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 8063.5—2011
代替 JB/T 8063.5—1996

粉末冶金材料与制品化学分析方法
第5部分: 铜基材料与制品中锡的测定
(次磷酸钠还原-碘酸钾滴定法)

Methods for chemical analysis of powder metallurgy materials and products—Part 5: The secondary sodium phosphate reduction-potassium iodate titrimetric method for the determination of tin in copper-based materials and products

中华人民共和国
机械行业标准
粉末冶金材料与制品化学分析方法
第5部分: 铜基材料与制品中锡的测定
(次磷酸钠还原-碘酸钾滴定法)

JB/T 8063.5—2011

*

机械工业出版社出版发行
北京市百万庄大街22号
邮政编码: 100037

*

210mm×297mm·0.5印张·11千字

2012年5月第1版第1次印刷

定价: 12.00元

*

书号: 15111·10484

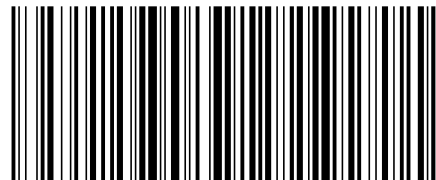
网址: <http://www.cmpbook.com>

编辑部电话: (010) 88379778

直销中心电话: (010) 88379693

封面无防伪标均为盗版

版权专有 侵权必究



JB/T 8063.5-2011

2011-12-20 发布

2012-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

4 仪器

锡还原装置如图 1 或图 2 所示。

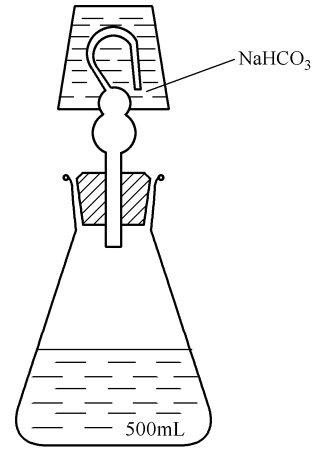


图 1

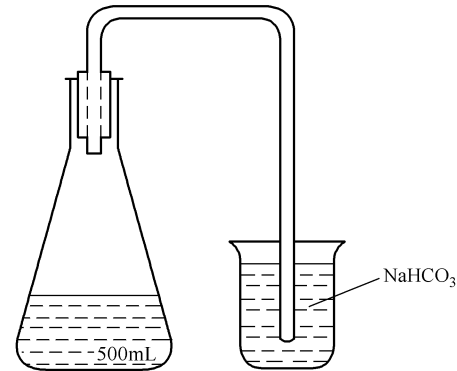


图 2

5 分析步骤

5.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

锡含量 %	1.00~3.00	3.00~10.00
称样量 g	1.000 0	0.500 0

5.2 测定

5.2.1 将试样（见 5.1）置于 500 mL 锥形瓶中，加入 3 mL~5 mL 过氧化氢（见 3.1），微热溶解完全，煮沸 2 min 除去过量的过氧化氢。

5.2.2 加入 65 mL 氯化汞溶液（见 3.8）及 10 mL 次磷酸钠溶液（见 3.3），装上锡还原器，并向其中注入碳酸氢钠饱和溶液，并保持微沸 5 min 取下，向锡还原器中补加碳酸氢钠饱和溶液（见 3.3），待溶液稍冷，置于冷水中冷至 10℃ 以下。

5.2.3 取下锡还原器，迅速加入 10 mL 硫氰酸铵溶液（见 3.4），5 mL 碘化钾溶液（见 3.5），5 mL 淀粉溶液（见 3.6），立即用碘酸钾标准溶液（见 3.10）滴定至溶液呈蓝色，并保持 10 s 不褪色即为终点。

6 结果计算

按式（2）计算锡的质量分数 $w(\text{Sn})$ ：

$$w(\text{Sn}) = \frac{TV}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

T ——碘酸钾标准溶液对锡的滴定度，单位为克每毫升（g/mL）；

V ——滴定时消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样量，单位为克（g）。

7 允差

允差见表 2。

目 次

前言.....II

1 范围.....1

2 方法提要.....1

3 试剂.....1

4 仪器.....2

5 分析步骤.....2

 5.1 试样量.....2

 5.2 测定.....2

6 结果计算.....2

7 允差.....2

8 试验报告.....3

前 言

JB/T 8063《粉末冶金材料与制品化学分析方法》共分为8个部分：

- 第1部分：铁基材料与制品中碳的测定（气体容量法）；
- 第2部分：铁基材料与制品中铜的测定（氟化氢铵掩蔽-碘量法）；
- 第3部分：铁基材料与制品中钼的测定（硫氰酸盐光度法）；
- 第4部分：铜基材料与制品中铜的测定（碘化钾-硫代硫酸钠滴定法）；
- 第5部分：铜基材料与制品中锡的测定（次磷酸钠还原-碘酸钾滴定法）；
- 第6部分：铜基材料与制品中铅的测定（电解分离-EDTA滴定法）；
- 第7部分：铜基材料与制品中锌的测定（硫酸铅钡共沉淀-EDTA滴定法）；
- 第8部分：铜基材料与制品中铁的测定（EDTA-H₂O₂光度法）。

本部分是JB/T 8063的第5部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替JB/T 8063.5—1996《粉末冶金材料与制品化学分析方法 铜基材料与制品中锡的测定（次磷酸钠还原-碘酸钾滴定法）》，与JB/T 8063.5—1996相比主要技术变化如下：

——对不规范的术语、公式和符号进行了修改。

本部分由中国机械工业联合会提出。

本部分由机械工业粉末冶金制品标准化技术委员会（CMIF/TC20）归口。

本部分主要起草单位：北京市粉末冶金研究所有限责任公司。

本部分主要起草人：尹凤霞、余培良、贾桂珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——JB/T 8063.5—1996。

粉末冶金材料与制品化学分析方法 第5部分：铜基材料与制品中锡的测定 （次磷酸钠还原-碘酸钾滴定法）

1 范围

JB/T 8063的本部分规定了测定范围为1%~10%、用次磷酸钠还原-碘酸钾滴定法测定粉末冶金铜基材料与制品中的锡含量的方法、试剂、仪器、分析步骤、结果计算、允差以及试验报告。

本部分适用于粉末冶金铜基材料与制品中锡量的测定。

2 方法提要

试样溶于盐酸和过氧化氢后，以氯化汞作催化剂，加次磷酸钠在隔绝空气条件下还原锡，用碘酸钾标准溶液进行滴定。

3 试剂

3.1 过氧化氢（30%）。

3.2 盐酸（1：1）。

3.3 次磷酸钠（NaH₂PO₂·H₂O）溶液（50%）。

3.4 硫氰酸铵溶液（25%）。

3.5 碘化钾溶液（10%）。

3.6 淀粉溶液（1%），用时现配。

3.7 碳酸氢钠饱和溶液。

3.8 氯化汞溶液：称取1g氯化汞，溶于600mL水中，加700mL盐酸（密度为1.19g/mL），混匀。

3.9 锡标准溶液：称取1.0000g金属锡（纯度为99.9%以上）于100mL烧杯中，加20mL盐酸（密度为1.19g/mL），不加热，溶解完全后，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg锡。

3.10 碘酸钾标准溶液：称取0.595g碘酸钾及0.5g氢氧化钠，溶于200mL水中后，加8g碘化钾。移入1000mL容量瓶中，用水稀至刻度，混匀。

3.10.1 称取含铜量与试样相近的金属铜（纯度为99.0%以上）于500mL锥形瓶中，加10mL盐酸（见3.2）、3mL~5mL过氧化氢（见3.1），微热溶解完全，煮沸除去过量的过氧化氢。加入25.00mL锡标准溶液（见3.9），以下按分析步骤5.2.3进行。

3.10.2 按式（1）计算碘酸钾标准溶液对锡的滴定度：

$$T = \frac{0.025}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

T——碘酸钾标准溶液对锡的滴定度，单位为克每毫升（g/mL）；

V——滴定时消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）。

标定：取三份锡标准溶液，滴定度取其平均值。允许的极差值应小于0.01mg/mL，如超过此值，必须重新标定。