

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 358.10—2011

钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第 10 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of tantalite, columbite concentrate—
Part 10: Determination of tin content—
Potassium iodate titrimetric method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 358《钽铁、铌铁精矿化学分析方法》包括 12 个部分：

- 第 1 部分：钽、铌量的测定 纸上色层重量法；
- 第 2 部分：二氧化钛量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法；
- 第 3 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；
- 第 4 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 5 部分：铀量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：氧化钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 8 部分：亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 9 部分：锑量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 11 部分：锰量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：湿存水量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 358 的第 10 部分。

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：赣州有色冶金研究所、九江钽铌有限责任公司、从化钽铌冶炼厂。

本部分主要起草人：邝静、杨峰、万育松、黄双、邓延安。

钽铁、铌铁精矿化学分析方法

第 10 部分：锡量的测定

碘酸钾滴定法

1 范围

本方法规定了钽铁、铌铁精矿中锡含量的测定方法。

本方法适用于钽铁、铌铁精矿中锡量的测定。测定范围为 1.00%~20.00%。

2 方法提要

试料以过氧化钠熔融,用水浸取,过滤,使锡与大部分铁、钛、铌、钽等分离。在盐酸溶液中,锡(IV)被铝片还原为锡(II),以淀粉为指示剂,用碘酸钾标准溶液滴定,计算锡量。

3 试剂

3.1 过氧化钠。

3.2 铝片[$w(\text{Al}) \geq 99.9\%$]。

3.3 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.4 无水乙醇。

3.5 饱和碳酸氢钠溶液。

3.6 淀粉溶液(10 g/L):称取 5 g 可溶性淀粉,置于 500 mL 烧杯中,用 200 mL 沸水溶解,并煮沸 2 min,冷却。另称取 50 g 碘化钾于一个 500 mL 烧杯中,用 250 mL 水溶解。将两溶液混匀,用水稀释至 500 mL,混匀。

3.7 锡标准溶液:称取 2.000 0 g 金属锡[$w(\text{Sn}) \geq 99.95\%$]于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.3),在水浴上完全溶解后,再加入 50 mL 盐酸(3.3),冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 相当于 2 mg 锡。

3.8 碘酸钾标准溶液

3.8.1 配制:称取 0.64 g 碘酸钾、2.5 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 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.8.2 标定:吸取 10.00 mL 锡标准溶液(3.7)于 300 mL 锥形瓶中(随同做空白试验),加入 50 mL 水,50 mL 盐酸溶液(3.3),2 g 铝片(3.2),盖上盛有大半体积的饱和碳酸氢钠溶液(3.5)的盖氏漏斗,加热煮沸,使铝片完全溶解,取下,在流水中冷却至室温。取下盖氏漏斗,加入 2 mL 淀粉溶液(3.6),用碘酸钾标准溶液(3.8.1)滴定出现稳定的浅蓝紫色,即为终点。按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液对锡的滴定度 T 。

$$T = \frac{\rho \cdot V_1}{V_2 - V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T ——碘酸钾标准滴定溶液对锡的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ ——锡标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);