

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1116.1—2016

锡阳极泥化学分析方法 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of tin anode slime—
Part 1: Determination of tin content—
The potassium iodate titrimetric method

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

前 言

YS/T 1116《锡阳极泥化学分析方法》分为以下7个部分：

- 第1部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第2部分：铋量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第3部分：铜量、铅量和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：砷量的测定 碘滴定法；
- 第5部分：钢量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第6部分：金量和银量的测定 火试金法；
- 第7部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法。

本部分为 YS/T 1116 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分主要起草单位：北京矿冶研究总院、云南锡业股份有限公司。

本部分参加起草单位：湖南有色金属研究院、广州有色金属研究院、中国检验认证集团广西有限公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分主要起草人：杨自华、杨俊、李敏、杨春林、李鹏飞、姚迪、陈芳芳、谢辉、范丽新、侯丹、庞文林、李玉红、张婷、莫长翼、覃辉平、龙双城、梁展华、张天姣。

锡阳极泥化学分析法

第1部分:锡量的测定

碘酸钾滴定法

1 范围

YS/T 1116 的本部分规定了锡阳极泥中锡量的测定方法。

本部分适用于锡阳极泥中锡量的测定。测定范围为 20.00%~50.00%。

2 方法提要

试料以盐酸、三氯化铁溶解,用还原铁粉置换,使锡与铜、铋、银、铊、砷等元素分离。用金属铝将锡还原为二价。以淀粉作指示剂,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二级水(长期放置的蒸馏水和不是蒸馏法制备的水,应煮沸数分钟除去水中的氧气,冷却后使用)。

3.1 还原铁粉。

3.2 金属铝: $w_{Al} \geq 99.9\%$ 、 $w_{Sn} < 0.001\%$,每块 0.5 g。

3.3 氯化钠。

3.4 混合熔剂:称取 20 g 硼砂($Na_2B_4O_7$)、10 g 硼酸,在乳钵中磨细后,加入 90 g 锌粉(电解锌生产的锌粉,粒度为 0.074 mm~0.18 mm)混匀,装入瓶中,密封保存。

3.5 盐酸($\rho = 1.19$ g/mL)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 三氯化铁溶液(300 g/L):称取 60 g 三氯化铁溶于 100 mL 盐酸(3.6)中,用盐酸(3.6)稀释至 200 mL。

3.8 碘化钾溶液(100 g/L):用氢氧化钠溶液(1 g/L)配制。

3.9 饱和碳酸氢钠溶液:煮沸 5 min 驱除氧气,冷却后使用。

3.10 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6 KIO_3) \approx 0.042$ mol/L]

3.10.1 配制:称取 1.5 g 碘酸钾、1 g 无水碳酸钠、8 g 碘化钾,置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,加热至溶解完全,用玻璃棉将溶液过滤于 1 000 mL 试剂瓶中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.10.2 标定:称取 0.100 0 g 金属锡($w_{Sn} \geq 99.99\%$),置于 500 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 三氯化铁溶液(3.7)、120 mL 盐酸(3.6),用还原装置图中的橡皮塞(1)塞紧瓶口,低温加热至溶解完全,取下,在二氧化碳气保护下流水冷却 2 min。加入 3 g 还原铁粉(3.1),低温加热至铁粉溶解完全,取下,在二氧化碳气保护下流水中稍冷,加入 25 mL 水,加入 2.5 g 金属铝(3.2),充分摇动,反应至剩余少量铝时,低温加热煮沸至大气泡产生,保持微沸 3 min,在二氧化碳气保护下,于流水中冷却至室温。以下按 6.4.4.2 进行。随同做空白试验。

注:采用盖氏漏斗作保护装置时,3.10.2 改为“称取 0.100 0 g 金属锡($w_{Sn} \geq 99.99\%$),置于 500 mL 锥形瓶中,加入