

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 997.1—2014

# 掺锑二氧化锡化学分析方法 第 1 部分:锡量的测定 碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of antimony-doped tin oxide—
Part 1: Determination of tin content—
Potassium iodate titrimetric method

2014-10-14 发布 2015-04-01 实施

### 中华人民共和国有色金属 行业标准 掺锑二氧化锡化学分析方法 第1部分:锡量的测定 碘酸钾滴定法

YS/T 997.1—2014

\*

中国标准出版社出版发行 北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029) 北京市西城区三里河北街16号(100045)

> 网址:www.gb168.cn 服务热线:400-168-0010 010-68522006 2015 年 2 月第一版

> > \*

书号: 155066 • 2-28299

版权专有 侵权必究

### 前 言

YS/T 997《掺锑二氧化锡化学分析方法》共分为3个部分:

- ——第1部分:锡量的测定 碘酸钾滴定法;
- ---第2部分:锑量的测定 硫酸铈滴定法;
- ——第3部分:氣量的测定 硫氰酸汞分光光度法。

本部分为 YS/T 997 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)归口。

本部分起草单位:广西壮族自治区冶金产品质量监督检验站、柳州百韧特先进材料有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、桂林理工大学、南宁市奥博斯检测科技有限责任公司。

本部分主要起草人:张鸿云、胡永玫、杨育兵、叶开富、刘永强、张兰、黄肇敏、龙智翔、周素莲、黄文禾、毛香恩。

### 掺锑二氧化锡化学分析方法 第 1 部分:锡量的测定 碘酸钾滴定法

#### 1 范围

YS/T 997 的本部分规定了掺锑二氧化锡中锡量的测定方法。 本部分适用于掺锑二氧化锡中锡量的测定,测定范围(质量分数)为 55.00%~78.50%。

#### 2 方法提要

试料经过氧化钠熔融,在盐酸溶液中加还原铁粉,将锑还原为单质分离除去,用铝片将锡还原为二价,以淀粉作指示剂,用碘酸钾标准滴定溶液滴定试液呈浅蓝色为终点。

#### 3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为分析纯试剂,所用水为 GB/T 6682 中的二级水。

- 3.1 过氧化钠。
- 3.2 还原铁粉。
- 3.3 金属锡(锡的质量分数≥99.99%)。
- 3.4 铝片(铝的质量分数≥99.5%),厚度小于 0.1 mm。
- 3.5 氢氧化钠溶液(25 g/L)。
- 3.6 盐酸(1+1)。
- 3.7 碘酸钾标准滴定溶液:
  - ——配制: 称取 3.6 g 碘酸钾溶于 500 mL 水中,加入 18 g 碘化钾和 2 g 无水碳酸钠溶解,用水稀释至 2 000 mL,摇匀。
  - ——标定:称取 0.120 0 g 金属锡(3.3)置于 300 mL 锥形瓶中,加入 2 g~3 g 还原铁粉(3.2), 100 mL 盐酸(3.6),将锥形瓶接上还原装置(图 1)。低温加热使锡溶解,加 20 mL 水,加入 2.0 g~2.5 g 折叠成小块的铝片(3.4),连续摇动锥形瓶至大部分铝片溶解,继续加热煮沸试液 至产生大气泡 1 min。在二氧化碳气体的保护下,将锥形瓶置于冷水中冷却至室温。取下锥形瓶,立即加入 5 mL 淀粉溶液(3.8),用碘酸钾标准滴定溶液(3.7)滴定试液呈浅蓝色为终点。同时做空白试验。

碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m_0}{59.355 \times (V_1 - V_0) \times 10^{-3}}$$
 (1)

式中:

- c ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $m_0$  ——金属锡量,单位为克(g);
- $V_1$  ——标定时,滴定锡标准溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V。 ——标定时,滴定试剂空白所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 59.355 ——锡(1/2 Sn)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。