



中华人民共和国国家标准

GB/T 23278.1—2009

锡酸钠化学分析方法 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of sodium stannate—
Part 1: Determination of tin content—Titration

2009-01-05 发布

2009-11-01 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

前 言

GB/T 23278《锡酸钠化学分析方法》共分为 8 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铅量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：游离碱的测定 中和滴定法；
- 第 7 部分：碱不溶物的测定 重量法；
- 第 8 部分：硝酸盐含量的测定 离子选择电极法。

本部分为第 1 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由柳州华锡集团有限公司、云南红河州出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人：丁锡波、普丽、高春霞、苏坤、林文霜、江寨伸、王丽仙、寿洁云。

锡酸钠化学分析方法

第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法

1 范围

GB/T 23278 的本部分规定了锡酸钠中锡含量的测定方法。

本部分适用于锡酸钠中锡含量的测定,测定范围为 35.00%~44.00%。

2 方法提要

试料经盐酸溶解,用铁粉、金属铝还原锡(IV)为锡(II),铁粉消除溶解氧的影响,淀粉为指示剂,碘酸钾标准溶液滴定锡(II)。

3 试剂和装置

试验用水为三级蒸馏水。

3.1 金属铝(质量分数 $\geq 99.5\%$)。

3.2 还原铁粉(通过 0.074 mm 筛)。

3.3 金属锡(质量分数 $\geq 99.85\%$)。

3.4 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 碘酸钾标准滴定溶液[$c(1/6\text{KIO}_3)=0.05$ mol/L]。

3.6.1 配制:称取 17.9 g 碘酸钾溶于 500 mL 水中,加入 89.5 g 碘化钾和 10 g 无水碳酸钠溶解,用水稀释至 10 L,摇匀。

3.6.2 标定:称取 0.120 0 g(m_0)金属锡(3.3)置于 300 mL 锥形瓶中,加入 1 g 还原铁粉(3.2),80 mL 盐酸(3.5),将锥形瓶接上还原装置。低温加热至锡溶解,加 20 mL 水,加入 1.5 g 金属铝(3.1)。连续摇动锥形瓶至大部分金属铝溶解,继续加热煮沸试液至产生大气泡 1 分钟左右。在二氧化碳气保护下,将锥形瓶放入冷水槽中冷却至室温。取下锥形瓶,立即加入 5 mL 淀粉溶液(3.7),用碘酸钾标准滴定溶液滴定至浅蓝色为终点(V_1)。同时做空白试验(V_0)。

按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m_0 \cdot \omega(\text{Sn})}{59.35 \times (V_1 - V_0) \times 10^{-3}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——金属锡量,单位为克(g);

$\omega(\text{Sn})$ ——锡的质量分数;

V_1 ——标定时,滴定锡标准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);

59.35——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 1.5×10^{-4} mol/L 时,取其平均值,否则重新标定。

3.7 淀粉溶液(10 g/L):称取 1 g 可溶性淀粉置于 300 mL 烧杯中,加 20 mL 水,调成浆状,搅拌下加入 20 mL 氢氧化钠溶液(25 g/L),搅拌溶解,加入 60 mL 水。

3.8 二氧化碳气。