



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.2—2004
代替 GB/T 1820—1979

锡精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—Determination
of tin content—The potassium iodate titrimetric method

2004-02-05 发布

2004-07-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锡精矿化学分析方法
锡量的测定 碘酸钾滴定法

GB/T 1819.2—2004

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.bzebs.com>

电话:63787337、63787447

2004年6月第一版 2005年1月电子版制作

*

书号: 155066·1-20967

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准是对 GB/T 1820—1979《锡精矿中锡量的测定 铍载-过氧化钠熔融碘量法》的修订。

本标准与 GB/T 1820—1979 相比,主要有如下变动:

——采用还原性熔剂锌粉-硼砂-硼酸熔融分解锡精矿;

——扩大了直接测定的杂质元素允许量;

——测定范围修订为: $>30.00\%$ 。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1820—1979。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司起草。

本标准由柳州华锡集团有限责任公司、广西平桂飞碟公司冶炼厂、湖南香花岭锡业有限责任公司参加起草。

本标准主要起草人:张红玲、杨自华、白健、高青、王燕玲、万琼蓉。

本标准主要验证人:韦师、赵志海、李洁、沈福志。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 1820—1979。

锡精矿化学分析方法

锡量的测定 碘酸钾滴定法

1 范围

本标准规定了锡精矿中锡含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中锡含量的测定。测定范围： $>30.00\%$ 。

2 方法原理

试料以盐酸、氯酸钾分解，以氯化物形式挥发除砷。在乙二胺四乙酸二钠存在下，以氢氧化铍作载体，用氨水使锡沉淀，与铜、钨、铋、铊等元素分离。灰化沉淀，以锌粉-硼砂-硼酸熔融，盐酸浸取，用铁粉和铝粒将锡还原为二价。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

3.1 锌粉(工业纯,粒度为 0.074~0.18 mm)。

3.2 还原铁粉。

3.3 铝粒($>99.5\%$)。

3.4 氯酸钾。

3.5 硫酸联胺。

3.6 溴化钾。

3.7 硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)。

3.8 硼酸。

3.9 氯化钠。

3.10 氢氧化钠。

3.11 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.12 过氧化氢(30%)。

3.13 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.14 锌粉-硼砂-硼酸混合熔剂:取 20 g 硼砂、10 g 硼酸,在乳钵中磨细后,加 90 g 工业锌粉混匀,放入瓷盘中,置于 100~105℃烘箱中烘 1 h、取出,冷后研磨、装入瓶中,密封保存。

3.15 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=6.5 \text{ mol/L}$]。

3.16 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(100 g/L)。

3.17 硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶液(40 g/L)。

3.18 氨水-硝酸铵洗液:1 g 硝酸铵溶于 100 mL 氨水(1+99)中。

3.19 碘化钾溶液(100 g/L)。

3.20 碘酸钾标准滴定溶液[$c(1/6\text{KIO}_3)=5 \times 10^{-5} \text{ mol/mL}$]

3.20.1 配制:称取 1.8 g 碘酸钾、9 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。

3.20.2 标定:称取三份 0.120 0 g 金属锡(99.99%),置于 300 mL 锥形瓶中,随同做空白试验。加入 1 g 还原铁粉、80 mL 盐酸溶液(3.15),低温加热至溶解完全,加入 20 mL 水,以下按 6.4.5~6.4.6 条进行标定。