



中华人民共和国国家标准

GB/T 23274.1—2009

二氧化锡化学分析方法 第 1 部分：二氧化锡量的测定 碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of stannic oxide—
Part 1: Determination of stannic oxide content—
Potassium iodate titrimetric method

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 23274—2009《二氧化锡化学分析方法》共分为 8 个部分：

- 第 1 部分：二氧化锡量的测定 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、铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铈量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：硫酸盐的测定 目视比浊法；
- 第 7 部分：盐酸可溶物的测定 重量法；
- 第 8 部分：灼烧失重的测定 重量法。

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责任公司、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、高春霞、李虹颖、林文霜、江寨伸、覃柳萍、王丽仙。

二氧化锡化学分析方法

第 1 部分：二氧化锡量的测定

碘酸钾滴定法

1 范围

GB/T 23274 的本部分规定了二氧化锡中二氧化锡的测定方法。

本部分适用于二氧化锡中二氧化锡的测定，测定范围为>95%。

2 方法提要

试料用锌粉-氢氧化钠熔融，盐酸浸取，用铁粉和金属铝将锡还原为二价。以淀粉为指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定试液呈浅蓝色为终点。

3 试剂和装置

试验用水为三级蒸馏水。

3.1 锌粉。

3.2 金属锡(锡的质量分数≥99.85%)。

3.3 还原铁粉(0.074 mm)。

3.4 金属铝(铝的质量分数≥99.5%)。

3.5 氢氧化钠。

3.6 氯化钠。

3.7 盐酸(1+1)。

3.8 碘酸钾标准滴定溶液 $[c(1/6KIO_3)=0.05 \text{ mol/L}]$ 。

3.8.1 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。

3.8.2 标定：称取 0.120 0 g(m_0)金属锡(3.2)置于 300 mL 锥形瓶中，加入 1 g 还原铁粉(3.3)，80 mL 盐酸(3.7)，将锥形瓶接上还原装置。低温加热使锡溶解，加 20 mL 水，加入 1.5 g 金属铝(3.4)。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 min。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(3.9)，用碘酸钾标准滴定溶液(3.8)滴定至浅蓝色为终点(V_1)。同时做空白试验(V_0)。

按公式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度(c)：

$$c = \frac{m_0 \cdot \omega(\text{SnO}_2)}{59.35(V_1 - V_0) \times 10^{-3}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

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)；

$\omega(\text{SnO}_2)$ ——锡的质量分数；

V_1 ——标定时，滴定锡标准溶液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)。