

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 997.2—2014

掺锑二氧化锡化学分析方法 第 2 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of antimony-doped tin oxide—
Part 2: Determination of antimony content—
Cerium sulfate titration 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
掺铋二氧化锡化学分析方法
第2部分:铋量的测定
硫酸铋滴定法

YS/T 997.2—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:155066·2-28300

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 997《掺铈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：铈量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 3 部分：氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法。

本部分为 YS/T 997 的第 2 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：柳州百韧特先进材料有限公司、广西壮族自治区冶金产品质量监督检验站、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：叶友明、吕敏丽、韦刚、黄旭升、邓汉金、罗均、黄肇敏、叶开富、张鸿云、周素莲、毛香恩。

掺铈二氧化锡化学分析方法

第 2 部分：铈量的测定

硫酸铈滴定法

1 范围

YS/T 997 的本部分规定了掺铈二氧化锡中铈量的测定方法。

本部分适用于掺铈二氧化锡中铈量的测定,测定范围(质量分数)为 0.50%~20.00%。

2 方法提要

试料经过氧化钠熔融,在硫酸介质中,以硫酸联胺将五价铈还原为三价。过量硫酸联胺加热被氧化而破坏,在盐酸介质中,以甲基橙为指示剂,在 80℃~90℃用硫酸铈标准滴定溶液滴至溶液的红色恰好消失为终点。

3 试剂

除非另有说明,本标准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 硫酸联胺。

3.2 过氧化钠。

3.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 硫酸(1+2)。

3.7 铈标准溶液:称取 0.500 0 g 金属铈(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 25 mL 硫酸(3.3),加热至完全溶解,取下冷却,加入 40 mL 硫酸(3.6),摇匀,微热溶解盐类,冷却至室温,用硫酸(3.6)移入 500 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

3.8 硫酸铈标准滴定溶液:

——配制:称取 6.08 g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于 1 000 mL 烧杯中,加入 30 mL 硫酸(3.3),搅拌均匀,在电炉上逐渐升温加热溶成糊状,并冒硫酸烟约 20 min,取下冷却,加入 140 mL 硫酸(3.3),再缓慢加入 400 mL 水,搅拌溶解至清亮,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

——标定:移取 20.00 mL 铈标准溶液(3.7),置于 300 mL 锥形瓶中,加入 30 mL 硫酸(3.5),加入 0.3 g 硫酸联胺(3.1),加入 5~10 颗玻璃珠,加热至冒硫酸烟 5 min~10 min,取下冷却,用少量水吹洗瓶壁,沿瓶壁缓慢加入 40 mL 水,摇匀,煮沸取下,立即加入 30 mL 盐酸(3.4),加两滴甲基橙指示剂(3.9),在保持溶液 80℃~90℃的温度下用硫酸铈标准滴定溶液(3.8)滴至溶液的红色恰好消失,即为终点。同时做空白试验。

硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度按式(1)计算: