



中华人民共和国国家标准

GB/T 23834.1—2009



硫酸亚锡化学分析方法 第1部分：硫酸亚锡含量的测定 重铬酸钾滴定法

Chemical analysis method for stannous sulfate—
Part 1: Determination of stannous sulfate content—
Volumetric method of potassium dichromate

2009-05-18 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 23834—2009《硫酸亚锡化学分析方法》分为六个部分：

- 第1部分：硫酸亚锡含量的测定 重铬酸钾滴定法
- 第2部分：盐酸不溶物的测定 重量法
- 第3部分：碱金属和碱土金属硫酸盐总量的测定 重量法
- 第4部分：铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第5部分：砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法
- 第6部分：铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

本部分为 GB/T 23834 的第1部分。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业集团有限责任公司、精细化学品集团有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本部分主要起草人：丁锡波、徐登琼、王宙晖、刘幽若。

本部分为首次发布。

硫酸亚锡化学分析方法

第1部分：硫酸亚锡含量的测定

重铬酸钾滴定法

1 范围

本部分规定了硫酸亚锡中主含量的测定方法重铬酸钾滴定法的分析方法提要、安全提示、一般规定、分析步骤、结果计算。

本部分适用于硫酸亚锡中主含量的测定,该方法的测定范围: $w(\text{SnSO}_4) > 95\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 23834 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 方法提要

在酸性介质中,二价锡与硫酸铁铵反应使三价铁还原为二价铁。在硫-磷混酸条件下,以二苯胺磺酸钠作指示剂,用重铬酸钾标准滴定液滴定二价铁,从而计算出硫酸亚锡的含量。

4 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 或 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 之规定制备。

6 试剂

6.1 硫-磷混合酸

取 150 mL 硫酸加入 500 mL 水中,再加 150 mL 磷酸,稀释至 1 000 mL。

6.2 硫酸铁铵溶液:100 g/L

称取 100 g 硫酸铁铵,溶于 250 mL 盐酸中,加水稀释至 1 000 mL。

6.3 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.4 二苯胺磺酸钠指示液： 5 g/L 。

7 分析步骤

7.1 测定

称取约 0.4 g 试样，准确至 0.0001 g ，迅速置于盛有 25 mL 硫酸铁铵溶液的锥形瓶中，摇动至试样溶解完全后，加水约 100 mL 。加入 10 mL 硫-磷混合酸，加 2 滴二苯胺磺酸钠指示剂，用重铬酸钾标准滴定液滴定溶液由无色变为紫色为终点。同时做空白试验。

7.2 空白试验

空白试验是在制备试验溶液的同时，除不加试样外，其他操作和加入的试剂量（标准滴定溶液除外）与试验溶液相同。

8 结果计算

硫酸亚锡含量以硫酸亚锡(SnSO_4)的质量分数 w 计，数值以 % 表示，按式(1)计算：

$$w = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_0 ——空白试验消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V ——滴定试验溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试样的质量的数值，单位为克(g)；

M ——硫酸亚锡($1/2\text{SnSO}_4$)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=107.37$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.2% 。