

UDC 546.831.062
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.1—92

锆及锆合金化学分析方法 锡量测定

Zirconium and zirconium alloys—
Determination of tin content

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 锡量测定

GB/T 13747.1-92

Zirconium and zirconium alloys—
Determination of tin content

第一篇 碘酸钾滴定法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆合金中锡含量的测定方法。

本标准适用于锆合金中锡含量的测定。测定范围：0.50%~3.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用硫酸-硫酸铵分解，在盐酸介质中，用氟离子掩蔽杂质元素。用铝片将锡(IV)还原为锡(II)，以淀粉溶液为指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈现蓝色为终点。

4 试剂

4.1 硫酸铵。

4.2 氟化铵。

4.3 铝片。

4.4 硫酸(ρ 1.84g/mL)。

4.5 盐酸(ρ 1.19g/mL)。

4.6 碳酸氢钠饱和溶液。

4.7 锡标准溶液：称取 1.000 0g 金属锡(99.95%)置于 250mL 烧杯中，加入 100mL 盐酸(1+1)低温加热溶解，冷却后移入 1 000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 锡。

4.8 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{6}KIO_3)=0.02mol/L$]。

4.8.1 配制：称取 1g 氢氧化钠，10g 碘化钾溶于 200mL 水中，称取 0.7133g 碘酸钾溶解于该溶液中，移入 1 000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

注：所用水需预先煮沸，冷却后使用。

4.8.2 标定：移取 3 份 20.0mL 锡标准溶液(4.7)分别置于 3 个 500mL 锥形瓶中，各加 5g 硫酸铵(4.1)，10mL 硫酸(4.4)，以下按 5.3.2~5.3.4 条进行。平行标定所消耗的碘酸钾标准滴定溶液(4.8)

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施