

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 239.2—2010
代替 YS/T 239.2—1994

三硫化二锑化学分析方法 第 2 部分：化合硫量的测定 燃烧中和滴定法

Methods for chemical analysis of antimony trisulfide—
Part 2: Determination of combined sulfur content—
Combustion-neutralization titration method

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
三硫化二锑化学分析方法
第2部分:化合硫量的测定
燃烧中和滴定法
YS/T 239.2—2010

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*

书号:155066·2-21492

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

YS/T 239《三硫化二锑化学分析方法》共有 7 个部分：

- 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：化合硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 3 部分：游离硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 4 部分：王水不溶物的测定 重量法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分为第 2 部分。

本部分代替 YS/T 239.2—1994《三硫化二锑化学分析方法 硫酸钡重量法测定化合硫》。与 YS/T 239.2—1994 相比，本部分有如下变动：

- 硫酸钡重量法改为燃烧中和法；
- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位：湖南辰州矿业股份有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人：崔德海、宋应球、鲍利辉、吴少波、张雪莲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 239.2—1994；
- GB 3255.2—1982。

三硫化二锑化学分析方法

第2部分:化合硫量的测定

燃烧中和滴定法

1 范围

YS/T 239 的本部分规定了三硫化二锑中化合硫量的测定方法。

本部分适用于三硫化二锑中化合硫量的测定。测定范围:化合硫的质量分数 24.50%~28.50%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

YS/T 239.3 三硫化二锑化学分析方法 游离硫量的测定 燃烧中和滴定法

3 方法提要

试料在高温氧气流中燃烧,使硫转化为二氧化硫,用过氧化氢吸收并转化成硫酸,以甲基红-次甲基蓝溶液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。所得结果减去游离硫量。

4 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂和水均指确认的分析纯试剂和三级水。

- 4.1 氢氧化钾。
- 4.2 无水氯化钙。
- 4.3 过氧化氢溶液(1+19)。
- 4.4 酚酞指示剂(10 g/L 乙醇溶液)。
- 4.5 甲基红-次甲基蓝混合指示剂:20 份甲基红乙醇溶液(0.3 g/L)与 3 份次甲基蓝溶液(1 g/L)混合。
- 4.6 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})$ 约 0.2 mol/L]。
 - 4.6.1 配制:称取 8 g 氢氧化钠,置于 250 mL 烧杯中,用新煮沸后冷却的水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,并用新煮沸后冷却的水稀释至刻度,混匀。贮于塑料瓶中。
 - 4.6.2 标定:称取三份 1.000 0 g 预先在 100 °C~105 °C 烘干 2 h 的邻苯二甲酸氢钾(基准试剂),置于 300 mL 锥形瓶中,加 60 mL 水溶解,加入 2 滴酚酞指示剂(4.4),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.6)滴定至微红色即为终点。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液(4.6)的实际浓度。

$$c = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_0) \times 204.2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液(4.6)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);