

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 239.3—2010  
代替 YS/T 239.3—1994

---

### 三硫化二锑化学分析方法 第 3 部分：游离硫量的测定 燃烧中和滴定法

Methods for chemical analysis of antimony trisulfide—  
Part 3: Determination of free sulfur content—  
Burning and sodium hydroxide titration method

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

---

## 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 3 部分。

本部分代替 YS/T 239.3—1994《三硫化二锑化学分析方法 燃烧碘量法测定游离硫》。与 YS/T 239.3—1994 相比，本部分有如下变动：

- 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：湖南有色金属研究总院、湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人：崔德海、宋应球、陈赛阳、邝淑云、吴少波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 239.3—1994；
- GB 3255.3—1982。

# 三硫化二锑化学分析方法

## 第3部分:游离硫量的测定

### 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游离硫量的测定方法。

本部分适用于三硫化二锑中游离硫量的测定。测定范围:游离硫的质量分数0.005 0%~0.20%。

#### 2 方法提要

用四氯化碳浸出试料中的游离硫,过滤分离基体,蒸去溶剂并烘干,于高温氧气流中燃烧,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。

#### 3 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。

3.1 氢氧化钾。

3.2 无水氯化钙。

3.3 四氯化碳。

3.4 过氧化氢吸收溶液(2+98)。

3.5 酚酞指示剂(10 g/L乙醇溶液)。

3.6 甲基红-次甲基蓝混合指示剂:20单位体积甲基红乙醇溶液(0.3 g/L)与3单位体积次甲基蓝溶液(1 g/L)混合。

3.7 氢氧化钠标准滴定溶液[ $c(\text{NaOH})$ 约0.02 mol/L]

3.7.1 配制:称取0.8 g氢氧化钠,置于250 mL烧杯中,用新煮沸冷却后的水溶解,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。

3.7.2 标定:称取5.000 0 g预先经100 °C~105 °C烘干2 h的邻苯二甲酸氢钾(基准试剂),置于500 mL烧杯中,加新煮沸冷却后的水溶解至清亮,移入1 000 mL容量瓶中,用新煮沸冷却后的水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.005 0 g邻苯二甲酸氢钾。

准确移取20.00 mL邻苯二甲酸氢钾标准溶液置于300 mL锥形瓶中,加40 mL新煮沸冷却后的水,2滴酚酞指示剂(3.5),用氢氧化钠标准滴定溶液滴至微红色即为终点。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液(3.7)的实际浓度:

$$c = \frac{V \times 0.005 0 \times 1 000}{(V_1 - V_0) \times 204.2} \dots\dots\dots (1)$$