

三硫化二锑化学分析方法

重量法测定盐酸不溶物

Chemical analysis of antimony trisulfide
Gravimetric method for determination
of hydrochloric acid insolubles

UDC 661.886.51
:543.721
:661.419
GB 3255.5—82

YS/T 239.5-94

三硫化二锑化学分析方法包括锑、化合硫、游离硫、王水不溶物、盐酸不溶物和砷的测定方法。其中砷的测定按照GB 3253.1—82《锑化学分析方法 钼蓝光度法测定砷》执行。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准适用于三硫化二锑中盐酸不溶物的测定。测定范围：0.10~1.60%。

1 方法提要

用盐酸分解试样，以重量法测定盐酸不溶物。

2 试剂

- 2.1 盐酸（比重1.19）。
- 2.2 盐酸（1+1）。
- 2.3 饱和硫化氢溶液。
- 2.4 硝酸银溶液（2%）。

3 分析步骤

3.1 称取5.000克试样置于400毫升烧杯中，加入100毫升盐酸（2.1），盖上表面皿，在沸水浴中溶解30分钟，取出，冷却至室温。

3.2 用已称至恒重的1G₃~4玻璃坩埚过滤。

注：① 玻璃坩埚先用王水浸泡，取出，再以水抽滤洗涤至洗液用硝酸银溶液（2.4）检验不呈氯离子反应。将坩埚置于烘箱中在100~105℃烘干至恒重。

② 如滤液呈现浑浊，应称样重作，换用1G₄玻璃坩埚，在较小的负压下过滤，务使滤液清亮。

3.3 用盐酸（2.2）洗涤烧杯及残渣至洗液用饱和硫化氢溶液（2.3）检验不呈锑离子反应。再用热水洗涤至洗液用硝酸银溶液（2.4）检验不呈氯离子反应。

3.4 将坩埚移入烘箱中，在100~105℃烘干约2小时，取出置于干燥器内，冷却至室温，称重，重复烘干至恒重。

4 分析结果的计算

按下式计算盐酸不溶物的百分含量：

$$\text{盐酸不溶物 (\%)} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100$$

式中： m_1 ——空玻璃坩埚重量，克；

m_2 ——玻璃坩埚和盐酸不溶物重量，克；

m ——称样量，克。

5 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%	
盐	酸	不	溶
物	量	允	许
量	差		
0.100~0.200	0.02		
>0.200~0.300	0.03		
>0.300~0.500	0.05		
>0.500~1.00	0.07		
>1.00~1.60	0.10		

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由锡矿山矿务局负责起草。

本标准由锡矿山矿务局起草。

本标准主要起草人周文生、范建中。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准 YB 587—65《三硫化二锑化学分析方法》作废。