

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 239.1—2010
代替 YS/T 239.1—1994

三硫化二锑化学分析方法 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of antimony trisulfide—
Part 1: Determination of arsenic content—
Cerium sulfate 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 1 部分。

本部分代替 YS/T 239.1—1994《三硫化二锑化学分析方法 溴酸钾容量法测定锑》。与 YS/T 239.1—1994 相比，本部分有如下变动：

- 溴酸钾容量法改为硫酸铈滴定法；
- 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。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：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：北京矿冶研究总院、铜陵有色金属集团公司。

本部分主要起草人：吴东华、宋应球、吴胜兰、张威、程浩宇、阴东霞。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 239.1—1994；
- GB 3255.1—1982。

三硫化二锑化学分析方法

第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法

1 范围

YS/T 239 的本部分规定了三硫化二锑中锑量的测定方法。

本部分适用于三硫化二锑中锑量的测定。测定范围：锑的质量分数 68.00%~73.00%。

2 方法提要

试料用硫酸分解，以硫酸肼还原五价锑为三价锑，用甲基橙为指示剂，在 80℃~90℃用硫酸铈标准滴定溶液滴定。

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 硫酸钾。

3.2 硫酸肼。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.5 硫酸(1+2)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 甲基橙指示剂(1 g/L)。

3.8 硫酸铈标准滴定溶液 [$c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2)$ 约 0.1 mol/L]。

3.8.1 配制：称取 40.50 g 硫酸铈 [$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]，置于 1 000 mL 烧杯中，加入 50 mL 硫酸(3.3)，搅拌均匀，在电炉上逐渐升温加热溶成糊状，并冒硫酸白烟约 20 min，取下冷却，加入 150 mL 硫酸(3.5)，再缓缓加入 400 mL 水，搅拌溶解至清亮，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.8.2 标定：称取三份 0.250 0 锑 [$w_{\text{Sb}} \geq 99.99\%$]，分别置于 300 mL 锥形瓶中，以少量水润湿，加入 12 mL 硫酸(3.3)，加热溶解至清亮，取下冷却。以下操作按 5.4.3、5.4.4 款进行。

随同标定做空白试验。

按(1)式计算硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的实际浓度：

$$c = \frac{m \times 2\,000}{(V_1 - V_0) \times 121.76} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c —— 硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m —— 称取纯锑的质量，单位为克(g)；

V_1 —— 滴定锑消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的体积，单位为毫升(mL)；

V_0 —— 标定中空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的体积，单位为毫升(mL)；

121.76 —— 锑的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。