

三硫化二锑化学分析方法 重量法测定王水不溶物

Chemical analysis of antimony trisulfide
Gravimetric method for determination
of aqua-regia insolubles

UDC 661.886.51
:543.21

GB 3255.4—82

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王水不溶物的测定。测定范围：0.05～0.60%。

1 方法提要

用盐酸分解试样，煮沸驱尽硫化氢后，再加硝酸溶解，以重量法测定王水不溶物。

2 试剂

- 2.1 盐酸（比重1.19）。
- 2.2 盐酸（2+1）。
- 2.3 硝酸（比重1.42）。
- 2.4 饱和硫化氢溶液。
- 2.5 硝酸银溶液（2%）。

3 分析步骤

3.1 称取5.000克试样置于250毫升烧杯中。

3.2 加入60毫升盐酸（2.1），在室温溶解约30分钟，间时摇动促进溶解，微热。待硫化锑溶解后，加热至沸以驱尽硫化氢，冷却。加入10毫升硝酸（2.3），待反应停止后，加热至沸除去氮的氧化物，冷却至室温。

注：在试样溶解过程中如果析出单体硫，应称样重作。

3.3 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（2.5）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。

3.4 用盐酸（2.2）洗涤烧杯及残渣至洗液用饱和硫化氢溶液（2.4）检验不呈锑离子反应。再用热水洗涤至洗液用硝酸银溶液（2.5）检验不呈氯离子反应。

3.5 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

按下式计算王水不溶物的百分含量：

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

式中: m_1 ——空玻璃坩埚重量, 克;

m_2 ——玻璃坩埚和王水不溶物重量, 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。

		%
王 水 不 溶 物 量	允 许 差	
0.05 ~ 0.100	0.015	
> 0.100 ~ 0.200	0.025	
> 0.200 ~ 0.350	0.035	
> 0.350 ~ 0.600	0.050	

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、丁培根。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部部标准 YB 587—65《三硫化二锡化学分析方法》作废。