

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 239.4—2010
代替 YS/T 239.4—1994

三硫化二锑化学分析方法 第 4 部分：王水不溶物的测定 重量法

Methods for chemical analysis of antimony trisulfide—
Part 4: Determination of aqua-regia insolubles content—
Gravimetric 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。

本部分为第 4 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分代替 YS/T 239.4—1994《三硫化二锑化学分析方法 重量法测定王水不溶物》。与 YS/T 239.4—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：湖南辰州矿业股份有限公司、山东阳谷祥光铜业有限公司。

本部分主要起草人：杨萍、宋应球、姚兴娜、陈珍娥、王建玲、吴少波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 239.4—1994；
- GB 3255.4—1982。

三硫化二锑化学分析方法

第4部分：王水不溶物的测定 重量法

1 范围

YS/T 239 的本部分规定了三硫化二锑中王水不溶物的测定方法。

本部分适用于三硫化二锑中王水不溶物的测定。测定范围：王水不溶物的质量分数 0.050%～0.60%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解，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。

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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.3 盐酸(2+1)。
- 3.4 硝酸银溶液(20 g/L)。

4 试样

- 4.1 试样粒度应小于 0.100 mm。
- 4.2 试样应在 100 °C～105 °C 烘干 1 h，置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 5.0 g 试样，精确至 0.001 g。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

- 5.4.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中，加入 60 mL 盐酸(3.1)，稍稍摇动烧杯促进溶解，微热溶解试