

石硫合剂化学定量分析方法

(1) 方法提要

加入氨化的氯化锌，将多硫化物转化为不稳定的多硫化锌，多硫化锌分解为游离的硫和硫化锌，加亚硫酸钠，使游离的硫转化为硫代硫酸盐。再用氯化锶除去过量的亚硫酸盐。然后以淀粉为指示剂，用碘标准溶液滴定硫代硫酸盐。

(2) 仪器和试剂

氨水：相对密度 0.880；氯化锌 (ZnCl_2)；氯化铵 (NH_4Cl)。氨化的氯化锌溶液：500mL 蒸馏水溶解 50g 氯化锌，加 125mL 氨水，50g 氯化铵，用水并稀释至 1000mL。

100g/L 氯化锶 ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 水溶液。

100g/L 亚硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 水溶液，使用前配制。

100g/L 酒石酸溶液，使用前配制。

0.5mol/L 碘标准溶液；甲基红指示剂。

淀粉指示剂：(CIPAC RE 27.1, p. 769)。

称量瓶；容量瓶；锥形瓶；移液管；滴管。

(3) 步骤

快速称取（精确至 10mg）约 10mL (w g) 试样，放在去皮的称量瓶中，转移至 250mL 容量瓶，用新煮沸的凉蒸馏水稀释至刻度，混匀。

立即移取 25mL 上述溶液于盛有 10mL 氨化的氯化锌溶液和 35mL 亚硫酸钠溶液的锥形瓶中，置于蒸汽浴上加热至少 45min，每隔 10min 振摇一次并用沸水淋洗瓶壁，将锥形瓶从蒸汽浴中取出。

加入 30mL 氯化锶溶液，静置 5min，转移至 250mL 容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度摇匀，用直径不大于 12.5cm 的干燥滤纸过滤，滤液的最初部分弃去，直到滤液清澈时才收集。在 50mL 滤液中加入 2 滴甲基红指示剂，用酒石酸溶液调节至微酸性。

以淀粉为指示剂，用 0.5mol/L 的碘标准溶液 (t mL) 滴定硫代硫酸盐。

游离硫代硫酸盐校正如下：移取 25mL 稀释的样品至盛有 10mL 氨化的氯化锌和 20mL 水的 250mL 容量瓶中。如前所述，在蒸汽浴上加热，冷却，用水稀释至 250mL，充分摇匀，通过干燥的滤纸过滤，弃去最初部分，直至清澈后，取 50mL 滤液按上述方法滴定，消耗的碘标准溶液的体积 (b mL)。

$$\text{多硫化物含量} = \frac{16(t-b)N}{W} \times 100\%$$

$$\text{或者} = \frac{16d(t-b)N}{W} \text{ g/L}$$

式中 d ——20℃按 CIPAC MT 3.1, p. 831 测定的每毫升的样品质量，g；

N ——碘标准溶液的浓度。