中华人民共和国工业和信息化部 发布

202×-××-××实施

202X-××-××发布

氧化钨中氧原子个数的测定

硫代硫酸钠滴定法

Determination of the number of oxygen atoms in tungsten oxide

Sodium thiosulfate titration method

（讨论稿）

YS/T XXXX—20XX

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

ICS 77.120

H 63

1. 前  言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

氧化钨中氧原子个数的测定 硫代硫酸钠滴定法

1. 范围

本文件规定了氧化钨（包含黄钨、蓝钨、紫钨）中氧原子个数的测定方法。

本文件适用于氧化钨（包含黄钨、蓝钨、紫钨）中氧原子个数的测定，测定范围2.60~3.00。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433冶金产品化学分析基础术语

GB/T 601 标准滴定 化学试剂 标准滴定溶液的制备

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

试料用氢氧化钾和一定量的铁氰化钾溶解后，过量的铁氰化钾在酸性溶液中与碘化钾反应并释放出碘，然后用硫代硫酸钠标准溶液滴定，从而计算出氧化钨中的氧原子个数。

1. 试剂

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 氢氧化钾溶液(100g/L)；

5.2 盐酸(1:1)；

5.3 碘化钾溶液(100g/L)；

5.4 硫酸溶液(20%)；

5.5 淀粉溶液：淀粉(10g/L)+氢氧化钾(2g/L)；

5.6 硫酸锌溶液(100g/L)；

5.7 工作基准试剂重铬酸钾；

5.8 无水碳酸钠；

5.9 硫代硫酸钠标准滴定溶液c(Na2S2O3)≈0.05mol/L

配制：称取12.5000g硫代硫酸钠，加入0.1000g无水碳酸钠（5.8）溶于1000mL水中，缓缓煮沸10min，冷却，放置2周后过滤。

标定：称取0.0900g于120±2℃干燥至恒重的工作基准试剂重铬酸钾（5.7）置于碘量瓶中，溶于25mL水，加入20mL碘化钾溶液（5.3）及20mL硫酸溶液（5.4），摇匀，于暗处放置5min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (5.9 )滴定至浅蓝色，加入1mL淀粉溶液（5.5），继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色为终点，同时做空白试验。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度[c(Na2S2O3)]按公式（1）计算,数值以摩尔每升（mol/L）表示：

$$c\left(Na\_{2}S\_{2}O\_{3}\right)=\frac{m×1000}{(V\_{1}−V\_{2})×M}$$

式中：

$m$ ------重铬酸钾质量，g；

$V\_{1}$ ------消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

$V\_{2}$------空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

$M$ ------重铬酸钾的摩尔质量,g/ mol ，[M( 1/6 K2Cr2O7)=49.031]。

5.10 铁氰化钾标准溶液：

配制：称取66.0000g铁氰化钾于250mL烧杯中，溶于水中，移入1000mL棕色容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

标定：移取5.00mL铁氰化钾标准溶液（5.10）于碘量瓶中，加入20mL盐酸（5.2）摇匀、20mL碘化钾溶液（5.3）摇匀，于暗处放置5min，加入20mL硫酸锌溶液（5.6），用硫代硫酸钠标准滴定溶液（5.9）滴定至浅蓝色，加入1mL淀粉溶液（5.5），继续滴定至蓝色消失为终点。

1mL铁氰化钾标准溶液相当于硫代硫酸钠标准滴定溶液的mL数，按公式（2）计算：

$B=\frac{V\_{4}}{V\_{3}}$ …………… （2）

式中：

$V\_{4}$------移取铁氰化钾标准溶液的体积，Ml；

$V\_{3}$------消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL。

1. 试验步骤

6.1 试料

称取0.2g试料，精确至0.0001g。

6.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 将试料（6.1）置于碘量瓶中，用少许水冲洗瓶壁，加入5.00mL铁氰化钾溶液（5.10）、15mL氢氧化钾溶液（5.1），摇匀，于低温电热板上加热溶解完全（确保样品不能加热至沸腾），于流水中冷却至室温。

6.3.2 加入20mL盐酸（5.2）摇匀、20mL碘化钾溶液（5.3）摇匀，于暗处放置5min。

6.3.3 用硫代硫酸钠标准滴定溶液（5.9）滴定至淡黄色，加入1mL淀粉溶液（5.5）,继续滴定直至蓝色消失为终点。

6.3 结果计算

氧化钨中氧原子个数，按公式（3）计算。

$OI=3−\frac{0.1159×\left(V\_{5}B−V\_{6}\right)c\left（Na\_{2}S\_{2}O\_{3}\right）}{m\_{1}}$ ……………（3）

式中：

$V\_{5}$ ------加入铁氰化钾标准溶液的体积，mL；

$V\_{6}$------消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

$m\_{1}$ ------试料量，g；

1. 允许差

两次测量值的允许差不超过表1所给值。

表1 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 氧原子个数 | 允许差 |
| 2.60~3.00 | 0.02 |

8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

——本文件编号；

——试验对象、实验室名称和试验日期；

——分析结果；

——与基本分析步骤的差异；

——可能影响结果的各种现象的细节；