

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 226.12—2009
代替 YS/T 226.15—1994

硒化学分析方法 第 12 部分：硒量的测定 硫代硫酸钠容量法

Methods for chemical analysis of selenium—
Part 12: Determination of selenium content—
Sodium thiosulphate titrimetric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 226《硒化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 2 部分：铊量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 3 部分：铝量的测定 铬天青 S-溴代十六烷基吡啶分光光度法
- 第 4 部分：汞量的测定 双硫脲-四氯化碳滴定比色法
- 第 5 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 6 部分：硫量的测定 对称二苯氨基脲分光光度法
- 第 7 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分：硒量的测定 硫代硫酸钠容量法
- 第 13 部分：银、铝、砷、硼、汞、铋、铜、镉、铁、镓、铟、镁、镍、铅、硅、锑、锡、碲、钛、锌量的测定 电感耦合等离子体质谱法

本部分为 YS/T 226 的第 12 部分。

本部分代替 YS/T 226.15—1994《硒中硒量的测定 硫代硫酸钠容量法》。与 YS/T 226.15—1994 相比，本部分主要有如下变化：

- 硫代硫酸钠标准溶液的标定改为重铬酸钾滴定法。
- 取消样品沉淀分离过程，直接用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：金川集团有限公司。

本部分参加起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人：于乾勇、张发志、詹剑桦、杨秀萍、林秀英、刘同行、刘红、高燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 2124—1980；
- YS/T 226.15—1994。

硒化学分析方法

第 12 部分：硒量的测定

硫代硫酸钠容量法

1 范围

YS/T 226 的本部分规定了硒中硒量的测定方法。

本部分适用于硒中硒量的测定。测定范围：98.0%~99.0%。

2 方法提要

试料用混合酸分解后，在硫酸介质中，用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定。临近终点时加入碘化钾，反应析出的碘以淀粉为指示剂，继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定，蓝色消失为终点。

3 试剂

如无特殊说明，本部分所用水均为二次蒸馏水，所用试剂均为优级纯。

3.1 脲。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 硫酸(1+5)。

3.7 碘化钾溶液(50 g/L)：现用现配。

3.8 淀粉溶液(5 g/L)。

3.9 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.10 酚酞乙醇溶液(10 g/L)。

3.11 硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)。

3.11.1 配制：称取 26 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，加 0.2 g 无水碳酸钠，溶于 1 000 mL 水中，缓缓煮沸 10 min，取下冷却。放置两周后过滤。

3.11.2 标定：称取三份 0.180 0 g 于 120 ℃干燥至恒重的基准重铬酸钾，置于碘量瓶中，加入 25 mL 水溶解，加入 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸(3.6)，摇匀；置于暗处放置 10 min。加 150 mL 水，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，临近终点时加入 2 mL 淀粉溶液(3.8)，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度按式(1)计算：

$$c = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2)M} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——重铬酸钾质量，单位为克(g)；

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；