

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法
盐酸羟胺-碘量法测定硒量

UDC 669.14/.15
:543.06
GB 223.52-87

Methods for chemical analysis
of iron, steel and alloy
The hydroxylamine hydrochloride-iodometric
method for the determination of selenium content

本标准适用于不锈钢和普碳钢中硒量的测定。测定范围:0.05%~1.00%。
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》。

1 方法提要

试样用盐酸、硝酸溶解,加热蒸干(不超过120°C)。在4~6mol/l盐酸介质中,用盐酸羟胺还原亚硒酸(N)成元素硒,使其与锰、镍、铬、铁、铜等干扰元素分离。以硝酸溶解元素硒生成亚硒酸,用碘化钾与亚硒酸作用析出等当量的碘,以硫代硫酸钠标准溶液滴定。

2 试剂

- 2.1 盐酸羟胺。
- 2.2 碘化钾。
- 2.3 尿素。
- 2.4 盐酸(ρ 1.19g/ml)。
- 2.5 盐酸(1+1)。
- 2.6 盐酸(1+3)。
- 2.7 硝酸(ρ 1.42g/ml)。
- 2.8 硝酸(1+1)。
- 2.9 王水:三份盐酸(2.4)和一份硝酸(2.7)混合。
- 2.10 氢氧化铵(ρ 0.90g/ml)。
- 2.11 硫氰酸铵溶液(5%)。
- 2.12 淀粉溶液(5%):称取5g可溶性淀粉,用10ml水调成糊状,倾入90ml沸水中,煮沸至淀粉全部溶解,冷却,用时配制。
- 2.13 硒标准溶液(600 μ g/ml):称取0.3000g纯金属硒(99.9%以上)置于250ml烧杯中,加入50ml硝酸(2.7)在水浴上加热,溶解完全后,取下,冷却至室温,以水移入500ml容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。
- 2.14 硫代硫酸钠标准溶液(约0.01mol/l)的配制及标定
- 2.14.1 配制:称取2.48g结晶状硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶解于新煮沸后冷却的水中,加0.1g无水碳酸钠,溶解完全后,用新煮沸并已冷却的水稀释至1000ml,混匀,贮于棕色瓶中,放置二至三天后,标定使用。

冶金工业部1987-04-03批准

1988-03-01实施