

ICS 77.120.99
H 17

YS

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

YS/T 226.12—2009

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

中华人民共和国有色金属
行业标准
硒化学分析方法
第 12 部分：硒量的测定
硫代硫酸钠容量法
YS/T 226.12—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2010 年 4 月第一版 2010 年 4 月第一次印刷

书号：155066·2-20510 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



YS/T 226.12—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

V_2 ——空白试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——重铬酸钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(1/6K_2Cr_2O_7)=49.031$]。

三次标定所消耗的标准滴定溶液的体积之极差值不大于 0.07 mL 时取其平均值,否则重新标定。

4 分析步骤

4.1 试料

称取 0.100 g 试样(m_0),精确至 0.000 1 g。

4.2 空白实验

随同试料做空白实验。

4.3 测定

4.3.1 将试料(4.1)置于 500 mL 锥形烧瓶中,加 15 mL 盐酸(3.2)和 0.5 mL~1 mL 硝酸(3.3),在沸水浴上加热使硒全部溶解,加入 80 mL 沸水和 2 g 脲(3.1),20 min 后取下,在流水中冷却。

4.3.2 以酚酞乙醇(3.10)作指示剂,用氢氧化钠溶液(3.9)中和,使溶液呈碱性,再加 20 mL 硫酸(3.5),冷却,用滴定管加入 45 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.11)后,搅拌均匀,加 2 mL 碘化钾溶液(3.7)、5 mL 淀粉溶液(3.8),继续滴定至蓝色消失为终点,记录所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积(V)。

5 分析结果的计算

按式(2)计算硒的质量分数 w_{Se} ,数值以%表示:

$$w_{Se} = \frac{c \cdot V \cdot 78.93 \times 10^{-3}}{m_0 \times 4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——滴定所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——试料质量,单位为克(g);

78.93——硒的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

结果表示至小数点后两位。

6 精密度

6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得:

表 1 重复性限 %

硒的质量分数	98.0~99.0
r	0.37
注:重复性限(r)为 2.83 S_r , S_r 为重复性标准偏差。	

6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法求得:

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:铈量的测定 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、钨、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。