

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1084.3—2018

---

### 粗硒化学分析方法 第3部分：硒量的测定 盐酸羟胺还原 重量法和硫代硫酸钠滴定法

Methods for chemical analysis of crude selenium—  
Part 3: Determination of selenium content—  
The gravimetric method by reduction of hydroxylamine  
hydrochloride and sodium thiosulfate titration

2018-04-30 发布

2018-09-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

YS/T 1084—2018《粗硒化学分析方法》分为3个部分：

- 第1部分：金量的测定 火试金重量法和原子吸收光谱法；
- 第2部分：银量的测定 原子吸收光谱法；
- 第3部分：硒量的测定 盐酸羟胺还原重量法和硫代硫酸钠滴定法。

本部分为第3部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分负责起草单位：中条山有色金属集团有限公司、铜陵有色金属集团(控股)公司、广东先导稀材股份有限公司。

本部分方法1起草单位：铜陵有色金属集团(控股)有限公司、阳谷祥光铜业有限公司、北矿检测技术有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、金川集团股份有限公司、江西铜业股份有限公司、广东省工业分析检测中心、东营方圆有色金属有限公司。

本部分方法1主要起草人：陈锦安、吴勇、李琴美、陈小燕、邵从和、朱赞芳、沈海枝、李先和、万双、冯振华、刘润婷、陈祝海、俞金生、龙秀甲、曾静、潘晓玲、刘同银、吴建华、沈广鑫、郭惠、张永进、刘天平、吴墨泉、林友彬、叶欣、吕茜茜。

本部分方法2起草单位：中条山有色金属集团有限公司、阳谷祥光铜业有限公司、华南理工大学、北矿检测技术有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、东营方圆有色金属有限公司、江西铜业股份有限公司、金川集团股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、广东省工业分析检测中心。

本部分方法2主要起草人：张光华、白建林、马丽君、李鸿英、咎敏娇、张彩枝、朱赞芳、王凯凯、万双、李先和、杨中民、戴凤英、冯振华、蔡晓英、潘晓玲、陈兰、吴墨泉、林友彬、陈红、刘同银、朱海玉、夏珍珠、谢文亮、吴银来、张永进、刘天平。

# 粗硒化学分析方法

## 第3部分：硒量的测定 盐酸羟胺还原重量法和硫代硫酸钠滴定法

### 1 范围

本部分规定了粗硒中硒量的测定方法。方法1：盐酸羟胺还原重量法；方法2：硫代硫酸钠滴定法。

本部分适用于粗硒中硒量的测定。方法1和方法2的测定范围为70.00%~98.00%。本部分方法1为仲裁方法。

### 2 方法1：盐酸羟胺还原重量法

#### 2.1 方法提要

试料用王水溶解，在3 mol/L ~4 mol/L的盐酸介质中，用盐酸羟胺还原硒与其他杂质分离，用玻璃砂芯坩埚过滤，沉淀用水和乙醇洗涤，恒重后称重。收集滤液，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定滤液中残留的硒量进行补正。

#### 2.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 盐酸羟胺。

2.2.2 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

2.2.3 盐酸(2+8)。

2.2.4 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

2.2.5 无水乙醇。

2.2.6 王水( $\text{HNO}_3 + \text{HCl}=1+3$ )。

2.2.7 硒标准贮存溶液：称取0.2000 g 硒粉( $w_{\text{Se}} \geq 99.999\%$ )置于100 mL烧杯中，加入5 mL硝酸(2.2.4)，于沸水浴上加热溶解并蒸干，冷却，加水溶解二氧化硒，移入200 mL容量瓶中，以水定容至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 硒。

2.2.8 硒标准工作溶液：移取10.00 mL 硒标准贮存溶液(2.2.7)于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100  $\mu\text{g}$  硒。

#### 2.3 仪器和设备

2.3.1 恒温水浴锅。

2.3.2 G4 砂芯坩埚(30 mL)。

2.3.3 电感耦合等离子体发射光谱仪。

#### 2.4 试样

2.4.1 试样粒度应不大于100  $\mu\text{m}$ 。