

中华人民共和国国家标准

金属锰化学分析方法 盐酸联氨-碘量法测定硒量

UDC 669.74
:543.062

GB 8654.6-88

Methods for chemical analysis of manganese metal
The diamine hydrochloride-iodo-metric method for the
determination of selenium content

本标准适用于电解金属锰中硒量的测定,测定范围:0.03%~0.31%。

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

试样用硝酸、盐酸分解,加热蒸发至近干,在3~6 mol/l的盐酸介质中用盐酸联氨、氯化亚锡还原亚硒酸成硒,分离锰、铁等元素,以硝酸溶解硒成亚硒酸,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 盐酸联氨。

2.2 碳酸钠(无水)。

2.3 尿素。

2.4 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。

2.5 氢氧化铵(ρ 0.90 g/ml)。

2.6 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。

2.7 盐酸(1+2)。

2.8 盐酸(1+3)。

2.9 盐酸联氨溶液(15%):称取15 g盐酸联氨,溶解于100 ml盐酸(1+9)中。

2.10 氯化亚锡溶液(50%):称取50 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶解于100 ml盐酸(2.8)中。

2.11 碘化钾溶液(30%):现用现配。

2.12 硒标准溶液

称取0.3000 g纯硒(99.99%),置于250 ml烧杯中,盖上表皿,加入20 ml硝酸(2.4),置于电热板或电炉上低温加热至完全溶解,取下,冷却至室温,移入500 ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 ml含0.0006 g硒。

2.13 硫代硫酸钠标准溶液: $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) \approx 0.008 \text{ mol/l}$ 。

2.13.1 配制

称取2.00 g优级纯硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),用新煮沸并已冷却的水溶解,加入0.1 g碳酸钠(2.2),溶解完全后,移入1000 ml棕色容量瓶中,用煮沸并已冷却的水稀释至刻度,混匀,放置2~3天。

2.13.2 标定

中华人民共和国冶金工业部 1988-01-18 批准

1989-02-01 实施