

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 715.1—2009

二氧化硒化学分析方法 第 1 部分：二氧化硒量的测定 硫代硫酸钠滴定法

Methods for chemical analysis of selenium dioxide
Part 1: Determination of selenium dioxide content—
Sodium thiosulfate titration

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 715《二氧化硒化学分析方法》共分 5 个部分：

- 第 1 部分：二氧化硒量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 2 部分：砷、镉、铁、汞、铅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：氯量的测定 氯化银浊度法；
- 第 4 部分：灼烧残渣的测定 重量法；
- 第 5 部分：水不溶物含量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 715 的第 1 部分。

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：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分参加起草单位：广州有色金属研究院、江西铜业集团公司。

本部分主要起草人：李琴美、樊占芳、姜丽红、邵从和、戴凤英、林海山、陈文玲、李丽。

二氧化硒化学分析方法

第 1 部分：二氧化硒量的测定

硫代硫酸钠滴定法

1 范围

YS/T 715 的本部分规定了二氧化硒中二氧化硒含量的测定方法。

本部分适用于二氧化硒中二氧化硒量的测定,测定范围:96.00%~99.50%。

2 方法提要

试料用水溶解,在 3.6 mol/L 硫酸介质中,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,临近终点加入碘化钾,析出的碘以淀粉为指示剂,滴定至蓝色消失为终点。

3 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。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 硫酸(1+4)。

3.6 碘化钾溶液(50 g/L)。

3.7 淀粉溶液(5 g/L)。

3.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.1 \text{ mol/L}$]。

3.8.1 配制

称取 25 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)置于 500 mL 烧杯中,加入 0.2 g 无水碳酸钠,用煮沸冷却后的蒸馏水溶解,过滤于 1 000 mL 容量瓶中,用上述蒸馏水稀释至刻度摇匀。一周后标定。

3.8.2 标定

称取 0.18 g(精确至 0.000 1 g)于 120 °C \pm 2 °C 干燥至恒重的工作基准试剂重铬酸钾,置于碘量瓶中,溶于 25 mL 水,加 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液(3.5);摇匀,置于暗处放置 10 min。加 150 mL 水,用配制好的硫代硫酸钠标准溶液(3.8)滴定,近终点时加 5 mL 淀粉指示液(3.7),继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

按式(1)计算硫代硫酸钠标准溶液实际浓度:

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

式中:

c ——硫代硫酸钠标准溶液实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——重铬酸钾的质量,单位为克(g);

V_1 ——滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗硫代硫酸钠溶液的体积,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),