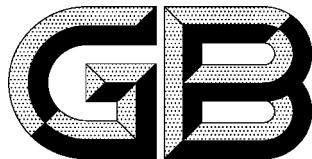


UDC 669.74:543.062
H 11



中华人民共和国国家标准

GB 8654.6—88

金属锰化学分析方法 盐酸联氨-碘量法测定硒量

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

1988-01-18 发布

1989-02-01 实施

国家 标 准 局 发 布

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0.300 0 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0.000 6 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1 000 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