ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СЕЛЕНА

ГОСТ 19413—81

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством геологии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

М. И. Фазлуллин, канд. техн. наук; **И. Ю. Соколов,** канд. хим. наук; **З. Г. Гудзь; И. И. Назаренко,** канд. хим. наук; **И. В. Кислова; Л. Н. Богусевич; С. Ю. Литвиненко; Ж. С. Якупова**

ВНЕСЕН Министерством геологии СССР

Член Коллегии **В. Ф. Рогов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 апреля 1981 г. № 2229

УДК 663.6 : 546.23.06 : 006.354 Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации селена

Drinking water. Method of determination of selenium mass concentration

ГОСТ 19413—81

Взамен ГОСТ 19413—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 апреля 1981 г. № 2229 срок действия установлен

с 01.01 1983 г.
до 01.01 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает флуоресцентный метод определения массовой концентрации селена.

Метод основан на взаимодействии селенит-иона с реактивом 2,3-диаминонафталином (ДАН) в кислой среде с образованием соединения 4,5-бензопиазоселенола, экстрагируемого *н*-гексаном или циклогексаном. Это соединение при ультрафиолетовом облучении обладает желто-красной флуоресценцией, интенсивность которой измеряется флуориметром.

Гидроселенид-ион ($H\overline{Se}$) и селен из органических соединений переводят в селенит-ион обработкой смесью азотной и хлорной кислот, а присутствующие в воде вместе с селенитами селенаты восстанавливают до селенитов нагреванием с концентрированной соляной кислотой $SeO_4^{2-} + HCl \rightarrow SeO_3^{2-} + HClO$.

Чувствительность метода составляет 0,0001 мг/дм³ селена при объеме пробы 100 см³.

Химические вещества природных вод по ГОСТ 2874—73 не оказывают мешающего влияния на определение селена.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб по ГОСТ 24481—80.

1.2. Объем пробы воды для определения массовой концентрации селена должен быть не менее 500 см³.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1981

1.3. Пробу воды консервируют добавлением 3 см³ концентрированной азотной кислоты плотностью 1,40 г/см³ (или соответствующего количества разбавленной кислоты) в расчете на 1000 см³ пробы.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

флуориметр ЭФ-ЗМА или другие аналогичные приборы с первичными светофильтрами, выделяющими линию спектра 366 нм (светофильтры СЭС-10, УФС-2 и др.), и вторичными светофильтрами, позволяющими обнаружить максимум флуоресценции с длиной волны 520 нм (светофильтры ЖС-17 и др.);

баню песчаную или электроплитку по ГОСТ 306—76;

баню водяную;

бумагу индикаторную универсальную;

весы лабораторные аналитические по ГОСТ 24104—80*, класс точности 2;

воронки делительные по ГОСТ 8613—75, вместимостью 100 см³;

воронки стеклянные для фильтрования по ГОСТ 8613—75;

колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 и 1000 см³;

пипетки мерные с делениями по ГОСТ 20292—74, вместимостью 2 и 10 см³;

стаканы лабораторные термостойкие по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100—150 см³;

стекла часовые;

цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 10 и 25 см³;

фильтры беззольные «белая лента»;

карандаш восковой;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77 (плотность 1,40 г/см³), ч.д.а.;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 (плотность 1,19 г/см³), ч.д.а.;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 (плотность 1,83 г/см³), ч.д.а.;

кислоту хлорную, 57%-ную;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч.д.а.;

аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478—75, ч.д.а.;

н-гексан или циклогексан по ГОСТ 14198—69;

2,3-диаминонафталин;

селен металлический по ГОСТ 5455—74, ч.;

соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты двухводную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, ч.д.а.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

---

* До 01.01.83 г. действует ГОСТ 19491—74.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление 2%-ного раствора трилона Б

2 г трилона Б растворяют в 100 см³ дистиллированной воды и фильтруют через фильтр «белая лента».

3.2. Приготовление 10%-ного раствора водного аммиака

400 см³ водного аммиака (25%-ный раствор) разбавляют водой до 1000 см³.

3.3. Приготовление 0,1 н. раствора соляной кислоты

Готовят из концентрированной соляной кислоты (8,3 см³ концентрированной соляной кислоты разбавляют до 1000 см³ дистиллированной водой) или фиксанала.

3.4. Приготовление 0,1%-ного раствора 2,3-диаминонафталина

0,100 г 2,3-диаминонафталина растворяют в 100 см³ 0,1 н. раствора соляной кислоты. Раствор подвергают очистке. Для этого 100 см³ раствора переносят в делительную воронку, приливают 15 см³ *н*-гексана или циклогексана и экстрагируют примеси в течение 1—2 мин. После расслаивания жидкостей *н*-гексан отделяют, а солянокислый раствор 2,3-диаминонафталина фильтруют через фильтр «белая лента». Раствор готовят свежим в день проведения анализа.

3.5. Приготовление стандартных растворов селена

Соединения селена ядовиты и работа с ними требует осторожности.

Навеску 0,100 г металлического селена квалификации «ч.», растертого в порошок, помещают в небольшой стаканчик, приливают 10 см³ концентрированной азотной кислоты, накрывают стаканчик часовым стеклом и нагревают на водяной бане до растворения. Затем смывают стекло и стенки стаканчика дистиллированной водой, раствор упаривают на водяной бане до влажных солей. Полученную селенистую кислоту растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, прибавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты и раствор доводят до метки водой. Получают основной стандартный раствор, который содержит 0,100 мг/см³ селена. Раствор хранится в склянке с пришлифованной пробкой. Срок хранения до трех месяцев. Для построения градуировочного графика готовят рабочий стандартный раствор, содержащий 0,010 мкг/см³ селена. С этой целью основной стандартный раствор разбавляют путем четырехкратного ступенчатого разбавления, каждое в 10 раз (10,0 см³ более концентрированного

раствора помещают в 100 см³ и доводят до метки 0,1 н. раствором соляной кислоты). Этот раствор готовят свежим в день проведения анализа.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В стакан из термостойкого стекла отбирают 100 см³ исследуемой воды и упаривают до объема 10—20 см³. Для предотвращения потерь селена при выпаривании пробу дополнительно подкисляют 3—5 см³ азотной кислоты. К упаренной пробе прибавляют 3 см³ 57%-ного раствора хлорной кислоты, 2—3 см³ азотной кислоты и продолжают выпаривать до выделения густых белых паров хлорной кислоты. После этого к остатку приливают 1 см³ концентрированной соляной кислоты и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 мин, закрыв стаканчик часовым стеклом. Затем приливают цилиндром 20 см³ дистиллированной воды, смывая ею стенки стакана.

Раствор охлаждают и устанавливают величину pH ~ 1 по индикаторной универсальной бумаге, прибавляя по каплям 10%-ный раствор аммиака.

К подготовленной пробе приливают 2,0 см³ 2%-ного раствора трилона Б, оставляют раствор на 5 мин и затем добавляют 2,00 см³ свежеприготовленного 0,1%-ного раствора 2,3-диаминонафталина. Раствор перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 5 мин. После охлаждения раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см³, приливают 5 или 10 см³ *н*-гексана (в зависимости от размера кювет прибора, измеряющего флуоресценцию). Комплекс селена экстрагируют в течение 1 мин и дают отстояться до разделения фаз. Водную фазу отбрасывают, а органическую фазу сливают в пробирку с притертой пробкой, в которой и хранят до перенесения в кюветы флуориметра. Флуориметрирование проводят не позже, чем через 1—2 ч.

Работу обязательно проводить под тягой.

4.2. Построение градуировочного графика

В ряд стаканов вместимостью 100—150 см³ отбирают 0,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 см³ рабочего стандартного раствора. Содержание селена в растворах, помещенных в стаканы, соответственно будет составлять 0,00; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20 мкг. В каждый стакан добавляют 2—3 см³ концентрированной азотной кислоты и 3 см³ хлорной кислоты и далее обрабатывают пробы, как описано в п. 4.1.

Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание селена в мкг, а по оси ординат — показания прибора. График должен иметь прямолинейный характер.

Следует иметь в виду, что «холостые» пробы могут обладать небольшой флуоресценцией, которая обусловлена чистотой реактивов (*н*-гексан и трилон Б).

Градуировочный график строят в день проведения анализа проб.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию селена (X) в мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X = \frac{C}{V},$$

где C — количество селена в анализируемом объеме воды, найденное по градуировочному графику, мкг;

V — объем воды, взятый для анализа, см^3.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 30%.

Результат округляют до двух значащих цифр при массовой концентрации селена более 0,001 мг/дм^3, одной значащей цифры при концентрации менее 0,001 мг/дм^3.

5.2. Сходимость результатов анализа (А) в процентах вычисляют по формуле

$$A = \frac{2\,(P_1 - P_2)}{P_1 + P_2} \cdot 100,$$

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;

P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Сдано в наб. 18.05.81 Подп. в печ. 15.06.81 0,5 п. л. 0,34 уч.-изд. л. Тир. 16000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 845

gost.e-ecolog.ru