МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776:546.22.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения серы

Selenium. Methods of sulphur determination

ГОСТ 20996.2—82*

Взамен ГОСТ 20996.2—75

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фототурбидиметрический и титриметрический методы определения серы (при массовой доле серы 0,002—0,6%).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. ФОТОТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании суспензии сернокислого бария при взаимодействии ионов бария с сульфат-ионами и измерении интенсивности помутнения раствора. В качестве стабилизатора суспензии используют глицерин.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор 100 г/дм^3.

Глицерин по ГОСТ 6259—75, раствор 100 г/дм^3.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, перекристаллизованный.

Стандартные растворы сернокислого калия.

Раствор А: навеску соли массой 0,0544 г растворяют в 50—60 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг серы.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг серы. Раствор устойчив в течение 2 сут.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор 100 г/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

**Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)*

© Издательство стандартов, 1982

© ИПК Издательство стандартов, 2000

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску селена массой 0,5—4 г (в зависимости от массовой доли серы) помещают в стакан вместимостью 100—200 см^3, приливают 1 см^3 раствора углекислого натрия и 20—25 см^3 азотной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и оставляют без нагревания до прекращения бурной реакции в течение 40—50 мин. Затем кипятят до удаления окислов азота, снимают стекло (пластинку), обмывают над стаканом и раствор осторожно выпаривают досуха.

К сухому остатку прибавляют 1—2 см^3 соляной кислоты, 10—15 см^3 воды и нагревают раствор до кипения. Выдерживают полученный раствор в течение 1 ч.

Раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают. Если есть осадок, раствор фильтруют через фильтр средней плотности, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы.

Аликвотную часть раствора 2—10 см^3 (или весь объем в зависимости от массовой доли серы. В этом случае раствор упаривают до объема 10—15 см^3 и после охлаждения помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3) помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, прибавляют 0,5—1,0 см^3 соляной кислоты (1:1), 10 см^3 раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см^3 хлористого бария, доливают водой до метки и снова перемешивают. Через 40 мин снова раствор перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 326 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют воду.

Массу серы в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В восемь мерных колб вместимостью по 25 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 мг серы. Добавляют в каждую колбу по 0,5—1 см^3 соляной кислоты (1:1), воды до 10 см^3, 10 см^3 раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см^3 хлористого бария и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)\, V 100}{m\, V_1 1000},$$

где m_1 — масса серы в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

m_2 — масса серы в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем испытуемого раствора в мерной колбе, см^3;

m — масса навески селена, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

2.4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля серы, %	Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,002
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,004
» 0,010 » 0,030 »	0,005	0,010
» 0,03 » 0,06 »	0,01	0,02
» 0,06 » 0,10 »	0,02	0,04
» 0,10 » 0,30 »	0,05	0,08
» 0,30 » 0,60 »	0,08	0,14

2.4.1, 2.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении серы в виде сульфат-иона раствором хлористого бария, растворении полученного осадка в аммиачном растворе трилона Б и титровании избытка последнего хлористым магнием в присутствии эриохром черного Т как индикатора.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор 100 г/дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная, (трилон Б) по ГОСТ 10652—73; 0,025 М раствор: 9,305 г соли растворяют в 500—600 см^3 горячей воды. Затем фильтруют через неплотный фильтр, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Установка титра раствора трилона Б: навеску металлического цинка массой 0,04 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см^3, добавляют 5—6 см^3 соляной кислоты, выпаривают до влажного состояния, приливают 100—120 см^3 воды и нагревают до начала кипения раствора.

Охлаждают, прибавляют 15—20 см^3 буферного раствора, на кончике шпателя эриохром черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в фиолетово-красный цвет.

Титр рассчитывают по формуле

$$T = \frac{m \quad 32{,}04}{V \cdot 65{,}34},$$

где m — масса цинка, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

Цинк по ГОСТ 3640—94.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Буферный раствор с pH 9—9,5: навеску хлористого аммония массой 54 г растворяют в 100—150 см^3 воды, приливают 350 см^3 аммиака, доливают водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Магний хлористый 6-водный по ГОСТ 4209—77, 0,025 М раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Эриохром черный Т, индикатор: смешивают с хлористым натрием в соотношении 1:100.

Метиловый красный, раствор 1 г/дм^3 в спирте.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску селена массой 1—3 г (в зависимости от массовой доли серы) помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 10—20 см^3 азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и оставляют без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окислов азота. Затем кипятят до удаления окислов азота, снимают стекло (пластинку), обмывают над стаканом и полученный раствор выпаривают досуха.

К сухому остатку прибавляют 3—5 см^3 азотной кислоты, 80—100 см^3 воды и нагревают до кипения. Добавляют 15—20 см^3 раствора хлористого бария, кипятят 8—10 мин и оставляют для коагуляции осадка от 1 до 6 ч (в зависимости от массовой доли серы).

Отфильтровывают осадок через плотный фильтр и промывают его 5—6 раз водой. Затем смывают осадок в колбу, в которой вели осаждение, приливают 80—100 см^3 воды, прибавляют 10—25 см^3 (в зависимости от количества серы в анализируемом растворе) раствора трилона Б и 5—7 см^3 аммиака. Нагревают до растворения осадка. После охлаждения добавляют 20—25 см^3 буферного раствора, на кончике шпателя эриохром черного Т и перемешивают. По каплям прибавляют метилового красного до перехода окраски раствора из синей в зеленую. Затем титруют хлористым магнием до изменения цвета раствора в фиолетово-красный.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю серы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем добавленного раствора трилона Б, см^3;

V_1 — объем раствора хлористого магния, израсходованного на титрование избытка трилона Б, см^3;

K — соотношение молярных растворов трилона Б и хлористого магния: отбирают 10—25 см^3 раствора трилона Б и помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см^3, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 20—25 см^3 буферного раствора и на кончике шпателя эриохром черного Т. Затем в полученный раствор прибавляют по каплям метилового красного до перехода окраски раствора из синей в зеленую и титруют хлористым магнием до изменения цвета в фиолетово-красный.

Коэффициент рассчитывают по формуле

$$K = \frac{V}{V_1},$$

T — титр раствора трилона Б по сере, г/см^3;

m — масса навески селена, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения крайних результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 26.07.2000. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,45. Тираж 104 экз. С 5581. Зак. 667.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru