МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776 : 546.23.06 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения селена

Selenium. Methods of selenium determination

ГОСТ 20996.1—82*
Взамен
ГОСТ 20996.1—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 титриметрический и гравиметрический методы определения селена (при массовой доле селена от 97,0 % и выше).

1.ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2.ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования селенопентатионата натрия при взаимодействии селенистой кислоты и тиосульфата натрия. Определение селена проводят в присутствии небольшого количества йодистого калия, фиксируя конечную точку титрования по йод-крахмальной реакции.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 9.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 .

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм^3.

Натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244—76, 0,2 моль/дм^3 раствор: 49,6 г тиосульфата натрия растворяют в 1000 см^3 воды и отфильтровывают в сосуд из темного стекла. Титр раствора устанавливают через 5—6 сут.

Установка титра раствора тиосульфата натрия: навеску селена высокой чистоты массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 10—12 см^3 соляной кислоты, 1 см^3 азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и слабо нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают водой, прибавляют 80—100 см^3 горячей воды, 4—4,5 г мочевины и далее поступают, как указано в п. 2.3.2.

Титр раствора тиосульфата натрия (Т), выраженный в граммах селена на 1 см^3 раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески селена, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3.

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

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор 50 г/дм^3.
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор 5 г/дм^3.
Селен высокой чистоты.
Фенолфталеин по НД, раствор в спирте 1 г/дм^3.
Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.
Мочевина по ГОСТ 6691—77.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Определение селена при массовой доле от 97,0 % до 99,5 %*

Навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 10—15 см^3 соляной кислоты и 1 см^3 азотной кислоты, накрывают часовым стеклом или стеклянной пластинкой и слабо нагревают до растворения селена. Стекло (пластинку) снимают, обмывают водой и осторожно выпаривают раствор на теплом месте до влажного остатка (лучше на водяной бане).

Приливают 30—35 см^3 соляной кислоты, 60—80 см^3 воды, немного фильтробумажной массы и 2—2,5 г гидроксиламина солянокислого. Перемешивают и оставляют на 2—3 ч в теплом месте плиты до коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают через фильтр с фильтробумажной массой, промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты (1 : 9) и 6—8 раз горячей водой.

Осадок селена вместе с фильтром переносят в колбу, в которой проводили осаждение, прибавляют 15—20 см^3 соляной кислоты и 1 см^3 азотной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения осадка. К полученному раствору приливают 80—100 см^3 горячей воды и добавляют 4—4,5 г мочевины, далее поступают, как указано в п. 2.3.2.

2.3.2. *Определение селена при массовой доле свыше 99,5 %*

Навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 10—15 см соляной кислоты и 1 см^3 азотной кислоты, накрывают часовым стеклом или стеклянной пластинкой и слабо нагревают до растворения селена.

Стекло (пластинку) снимают, обмывают водой, прибавляют 80—100 см^3 горячей воды, 4—4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 20 мин раствор охлаждают в проточной воде и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия до щелочной реакции. К раствору приливают 20—25 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1) и охлаждают.

Титруют раствором тиосульфата натрия, добавляя его при перемешивании, постепенно, небольшими порциями до 21—23 см^3. Затем приливают 2—3 см^3 йодистого калия, 2—3 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование (из микробюретки) выделившегося йода раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора тиосульфата натрия по селену, г/см^3;
V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3;
m — масса навески селена, г.

2.4.2. Расхождение наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений не должно превышать 0,4 %; результатов двух анализов, полученных в разных лабораториях, — 0,5%.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции осаждения селена солянокислым гидроксиламином и взвешивании полученного осадка элементного селена.

3.2. Аппаратура, реактивы

Шкаф сушильный лабораторный.
Тигли фильтрующие типа ТФ32-ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1 : 8.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, раствор 300 г/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

Навеску селена массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 50—55 см^3 соляной кислоты, 5—7 см^3 азотной кислоты и выдерживают 2—3 ч в теплом месте, не давая кипеть раствору. Для проверки полноты разложения по истечении указанного времени добавить 1—2 см^3 азотной кислоты. Если при этом не будет наблюдаться выделение газообразного азота, то разложение считают законченным. В противном случае вновь добавляют 1—2 см^3 азотной кислоты и выдерживают раствор в течение 1—2 ч.

Затем приливают 50—60 см^3 воды, перемешивают и фильтруют нерастворимый остаток через плотный фильтр с фильтробумажной массой. Промывают 5—6 раз горячей водой.

Фильтрат с промывными водами собирают в коническую колбу вместимостью 500 см^3.

Доводят объем фильтрата до 180—200 см^3, прибавляют 30—35 см^3 раствора мочевины, нагревают до кипения и приливают 40—50 см^3 соляной кислоты, 30—35 см^3 раствора гидроксиламина, перемешивают и выдерживают на водяной бане в течение 1,5—2 ч до полной коагуляции осадка.

Проверяют полноту осаждения селена, добавляя в раствор 5—10 см^3 гидроксиламина. В случае появления осадка селена раствор слабо кипятят и повторяют проверку полноты осаждения.

Осадок селена отфильтровывают через предварительно взвешенный фильтрующий тигель и промывают 5—6 раз горячей водой, 2—3 раза спиртом.

Тигель с осадком помещают в сушильный шкаф и высушивают при 105—110 °С в течение 1 ч. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Высушивание и взвешивание осадка повторяют до получения постоянной массы.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \cdot 100,$$

где m_2 — масса тигля с осадком селена, г;

m_1 — масса тигля, г;

m — масса навески селена, г.

3.4.2. Расхождения результатов анализа — по п. 2.4.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.3. При разногласиях в оценке массовой доли селена применяют титриметрический метод (разд. 2).

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 26.07.2000. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,46.
Тираж 106 экз. С 5590. Зак. 662.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru