

ГОСТ 20996.1—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА

Издание официальное

ВЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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/дм³.

Натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244—76, 0,2 моль/дм³ раствор: 49,6 г тиосульфата натрия растворяют в 1000 см³ 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 см³, прибавляют 10—12 см³ соляной кислоты, 1 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и слабо нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают водой, прибавляют 80—100 см³ 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 см³ раствора, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески селена, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³.

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/дм³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор 5 г/дм³.

Селен высокой чистоты.

Фенолфталеин по НД, раствор в спирте 1 г/дм³.

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 см³, прибавляют 10—15 см³ соляной кислоты и 1 см³ 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 см³ соляной кислоты, 60—80 см³ воды, немного фильтровальной 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 фильтровальной 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 см³ соляной кислоты и 1 см³ азотной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения осадка. К полученному раствору приливают 80—100 см³ 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 см³, прибавляют 10—15 см соляной кислоты и 1 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом или стеклянной пластинкой и слабо нагревают до растворения селена.

Стекло (пластинку) снимают, обмывают водой, прибавляют 80—100 см³ горячей воды, 4—4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 20 мин раствор охлаждают в проточной воде и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроксида натрия до щелочной реакции. К раствору приливают 20—25 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и охлаждают.

Титруют раствором тиосульфата натрия, добавляя его при перемешивании, постепенно, небольшими порциями до 21—23 см³. Затем приливают 2—3 см³ йодистого калия, 2—3 см³ 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/см³;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³;

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 элементарного 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/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

Навеску селена массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50—55 см³ соляной кислоты, 5—7 см³ азотной кислоты и выдерживают 2—3 ч в теплом месте, не давая кипеть раствору. Для проверки полноты разложения по истечении указанного времени добавляют 1—2 см³ азотной кислоты. Если при этом не будет наблюдаться выделение газообразного азота, то разложение считают законченным. В противном случае вновь добавляют 1—2 см³ азотной кислоты и выдерживают раствор в течение 1—2 ч.

Затем приливают 50—60 см³ 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 см³.

Доводят объем фильтрата до 180—200 см³, прибавляют 30—35 см³ раствора мочевины, нагревают до кипения и приливают 40—50 см³ соляной кислоты, 30—35 см³ 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 см³ 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