

ГОСТ 20996.2—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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/дм³.

Глицерин по ГОСТ 6259—75, раствор 100 г/дм³.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, перекристаллизованный.

Стандартные растворы сернокислого калия.

Раствор А: навеску соли массой 0,0544 г растворяют в 50—60 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг серы.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ 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/дм³.

(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 см³, приливают 1 см³ раствора углекислого натрия и 20—25 см³ 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 см³ соляной кислоты, 10—15 см³ воды и нагревают раствор до кипения. Выдерживают полученный раствор в течение 1 ч.

Раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Если есть осадок, раствор фильтруют через фильтр средней плотности, в конус которого вложено немного фильтровальной массы.

Аликвотную часть раствора 2—10 см³ (или весь объем в зависимости от массовой доли серы. В этом случае раствор упаривают до объема 10—15 см³ и после охлаждения помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³) помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, прибавляют 0,5—1,0 см³ соляной кислоты (1:1), 10 см³ раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см³ 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 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ 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 см³ соляной кислоты (1:1), воды до 10 см³, 10 см³ раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см³ 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, см³;

m — масса навески селена, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

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/дм³.

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 см³ горячей воды. Затем фильтруют через неплотный фильтр, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, 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 см³, добавляют 5—6 см³ соляной кислоты, выпаривают до влажного состояния, приливают 100—120 см³ воды и нагревают до начала кипения раствора.

Охлаждают, прибавляют 15—20 см³ 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

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

где m — масса цинка, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

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 см³ воды, приливают 350 см³ аммиака, доливают водой до 1000 см³ 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/дм³ 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 см³, приливают 10—20 см³ 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 см³ азотной кислоты, 80—100 см³ воды и нагревают до кипения. Добавляют 15—20 см³ 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 см³ воды, прибавляют 10—25 см³ (в зависимости от количества серы в анализируемом растворе) раствора трилона Б и 5—7 см³ аммиака. Нагревают до растворения осадка. После охлаждения добавляют 20—25 см³ буферного раствора, на кончике шпателя эриохром черного Т и перемешивают. По каплям прибавляют метиловый красный 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, см³;

V_1 — объем раствора хлористого магния, израсходованного на титрование избытка трилона Б, см³;

K — соотношение молярных растворов трилона Б и хлористого магния: отбирают 10—25 см³ раствора трилона Б и помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, разбавляют водой до 100 см³, прибавляют 20—25 см³ 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/см³;

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. Мартымяновой*

Изд. лист № 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