

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

**ГОСТ**  
**20996.1—**  
**2014**

---

# СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

## Методы определения селена

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2015

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

#### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2014 г. № 67–П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения   | AM                                 | Минэкономразвития Республики Армения                            |
| Беларусь  | BY                                 | Госстандарт Республики Беларусь                                 |
| Казахстан   | KZ                                 | Госстандарт Республики Казахстан                                |
| Киргизия  | KG                                 | Кыргызстандарт  |
| Россия  | RU                                 | Росстандарт   |
| Таджикистан   | TJ                                 | Таджикстандарт  |
| Узбекистан  | UZ                                 | Узстандарт  |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 ноября 2014 г. № 1766-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 20996.1–2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2015 г.

#### 5 ВЗАМЕН ГОСТ 20996.1–82

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартиформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

**СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ**

Методы определения селена

Selenium technical  
Methods of selenium determination

Дата введения – 2015–09–01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает методы измерений массовой доли селена йодометрическим и гравиметрическим методами.

Диапазон измерений от 97,0 % до 99,98 %.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

- ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки.  
Общие технические условия
- ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
- ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5456–79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
- ГОСТ 6691–77 Реактивы. Карбамид. Технические условия
- ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 10163–76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
- ГОСТ 10298–79 Селен технический. Технические условия
- ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 20996.0–82 Селен технический. Общие требования к методам анализа
- ГОСТ 24104–2001<sup>1</sup> Весы лабораторные. Общие технические требования
- ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 27068–86 Реактивы. Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
- ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
- ГОСТ 29227–91 (ИСО 835–1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ 29251–91 (ИСО 385–1–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ ИСО 5725-6–2003<sup>2</sup> Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
- П р и м е ч а н и е** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

<sup>1</sup> На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228.

<sup>2</sup> На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Издание официальное

1

### 3 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли селена соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при  $P = 0,95$ ).

Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности  $P = 0,95$  приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности  $P = 0,95$

| Диапазон измерений массовой доли селена | Показатель точности измерений $\pm \Delta$ | Пределы (абсолютные значения) |                        |
|---|--|-------------------------------|------------------------|
|   |  | повторяемости, $r (n = 3)$    | воспроизводимости, $R$ |
| От 97,0 до 99,98                        | 0,4  | 0,4                           | 0,5                    |

В процентах

### 4 Общие положения

Общие требования к методам измерений по ГОСТ 20996.0.

### 5 Йодометрический метод измерений массовой доли селена

#### 5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева от 100 °С до 105 °С;
- колбы Кн-2—250—19/26 ТХС, Кн-2—500—19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- бюретки 1—2—25—01, 1—2—50—01 по ГОСТ 29251;
- пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—2, 1—2—2—5, 1—2—2—10 по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- баню водяную;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 или разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 или разбавленную 1:9;
- гидросиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456;
- карбамид по ГОСТ 6691;
- калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>;
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой концентрации 5 г/дм<sup>3</sup>;
- натрий серноватистокислый 5-водный (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup>;
- натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 200 г/дм<sup>3</sup>;
- селен по ГОСТ 10298;
- фенолфталеин (индикатор) по [1], спиртовой раствор массовой концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>;
- бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026, марок Ф, ФС;
- бумагу индикаторную по [2];
- фильтры обеззоленные по [3] или аналогичные.

#### П р и м е ч а н и я

1 Допускается применение других средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике/методе измерений.

## 5.2 Метод измерений

Метод йодометрического титрования основан на реакции образования селенопентатионата натрия при взаимодействии селенистой кислоты и тиосульфата натрия. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

### 5.3 Подготовка к выполнению измерений

5.3.1 Для приготовления раствора крахмала массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup> навеску крахмала массой 0,5 г размешивают в 10 см<sup>3</sup> воды до получения однородной кашицы, смесь медленно сливают при перемешивании в 90 см<sup>3</sup> кипящей воды и кипятят в течение 2 – 3 мин, охлаждают. Раствор следует применять свежеприготовленным.

5.3.2 При приготовлении раствора йодистого калия массовой концентрации 50 г/дм<sup>3</sup> навеску соли йодистого калия (предварительно высушенную до постоянной массы при температуре не выше 110 °С) массой 5,00 г растворяют в 90 см<sup>3</sup> свежeproкипяченной воды. Раствор следует применять свежеприготовленным.

5.3.3 При приготовлении раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> навеску соли массой 49,6 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 200 см<sup>3</sup> прокипяченной воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки прокипяченной охлажденной водой и перемешивают. Раствор выдерживают перед употреблением в течение 6 – 7 суток.

Допускается готовить растворы серноватистокислого натрия из соответствующих стандарт-титров согласно инструкции по их приготовлению.

### 5.3.4 Установление массовой концентрации раствора тиосульфата натрия

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом: навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают от 10 до 12 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают его над колбой водой, приливают от 80 до 100 см<sup>3</sup> горячей воды, добавляют 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 от 20 до 25 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1 и охлаждают.

После охлаждения приливают постепенно при перемешивании от 21 до 23 см<sup>3</sup> тиосульфата натрия, от 2 до 3 см<sup>3</sup> йодистого калия, от 2 до 3 см<sup>3</sup> раствора крахмала, массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup> и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия  $C$ , выраженную в граммах селена на 1 см<sup>3</sup> раствора, г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V}, \quad (1)$$

где  $m$  – масса навески селена, г;

$V$  – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, с учетом контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

## 5.4 Выполнение измерений

### 5.4.1 Определение селена при массовой доле от 97,0 % до 99,5 %

Навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью

250 см<sup>3</sup>, приливают от 10 до 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом или стеклянной пластинкой и нагревают до растворения селена при температуре от 60 °С до 70 °С. Стекло (пластинку) снимают, обмывают водой и осторожно выпаривают раствор на теплом месте (водяной бане) до влажного остатка.

Приливают от 30 до 35 см<sup>3</sup> соляной кислоты, добавляют от 60 до 80 см<sup>3</sup> 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, разбавленной 1:9 и 6 – 8 раз горячей водой.

Осадок селена вместе с фильтром переносят в колбу, в которой проводили осаждение, прибавляют от 15 до 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения осадка. К полученному раствору приливают от 80 до 100 см<sup>3</sup> горячей воды, добавляют 4 – 4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 20 мин раствор охлаждают и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроксида натрия до щелочной реакции. К раствору приливают от 20 до 25 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1 и охлаждают.

После охлаждения приливают постепенно при перемешивании от 21 до 23 см<sup>3</sup> тиосульфата натрия, от 2 до 3 см<sup>3</sup> йодистого калия, от 2 до 3 см<sup>3</sup> раствора крахмала массовой концентрации 5 г/дм<sup>3</sup> и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора.

#### 5.4.2 Определение селена при массовой доле выше 99,5 % до 99,98 %

Навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают от 10 до 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом или стеклянной пластинкой и нагревают до растворения селена при температуре от 60 °С до 70 °С.

Стекло (пластинку) снимают, обмывают водой, прибавляют от 80 до 100 см<sup>3</sup> горячей воды, добавляют 4 – 4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 20 мин раствор охлаждают и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроксида натрия до щелочной реакции. К раствору приливают от 20 до 25 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1 и охлаждают.

После охлаждения приливают постепенно при перемешивании от 21 до 23 см<sup>3</sup> тиосульфата натрия, 2 – 3 см<sup>3</sup> йодистого калия, 2 – 3 см<sup>3</sup> раствора крахмала массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup> и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора.

#### 5.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю селена,  $X$ , %, при использовании йодометрического метода вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV100}{m}, \quad (2)$$

где  $C$  – массовая концентрация раствора тиосульфата натрия по селену, г/см<sup>3</sup>;

$V$  – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  – масса навески селена, г.

5.6 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение трех параллельных определений при условии, что разность между наибольшим и наименьшим результатами в условиях повторяемости при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не превышает значений предела повторяемости  $r$ , приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

5.7 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6.

## 6 Гравиметрический метод

### 6.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства:

- шкаф сушильный лабораторный;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- тигли фильтрующие типа ТФ32–ПОР16 по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-2–250–19/26, Кн-2–500–29/32 по ГОСТ 25336;
- эксикатор 2–100 по ГОСТ 25336;
- баню водяную;
- воронки для фильтрации лабораторные по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456;
- карбамид по ГОСТ 6691;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026, марок Ф, ФС;
- фильтры обеззоленные по [3] или аналогичные.

**Примечания**

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

**6.2 Метод измерений**

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

**6.3 Подготовка к выполнению измерений**

6.3.1 При приготовлении раствора мочевины массовой концентрации  $300 \text{ г/дм}^3$  навеску соли массой  $30,00 \text{ г}$  растворяют в  $80 \text{ см}^3$  воды.

6.3.2 При приготовлении раствора гидроксиламина массовой концентрации  $100 \text{ г/дм}^3$  навеску соли массой  $10,00 \text{ г}$  растворяют в  $90 \text{ см}^3$  воды.

**6.4 Выполнение измерений**

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

Затем приливают от  $50$  до  $60 \text{ см}^3$  воды, перемешивают и фильтруют нерастворимый остаток через плотный фильтр «синяя лента» с фильтробумажной массой. Фильтр с осадком промывают  $5 - 6$  раз горячей водой.

Фильтрат с промывными водами собирают в коническую колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$ . Доводят объем фильтрата водой до  $180 - 200 \text{ см}^3$ , приливают от  $30$  до  $35 \text{ см}^3$  раствора мочевины, нагревают до кипения, приливают от  $40$  до  $50 \text{ см}^3$  соляной кислоты,  $30 - 35 \text{ см}^3$  раствора гидроксиламина, перемешивают и выдерживают на водяной бане в течение  $1,5 - 2 \text{ ч}$  до полной коагуляции осадка.

Проверяют полноту осаждения селена, приливая в раствор от  $5$  до  $10 \text{ см}^3$  раствора гидроксиламина. В случае появления осадка селена раствор слабо кипятят и повторяют проверку полноты осаждения.

Осадок селена отфильтровывают через предварительно взвешенный фильтрующий тигель и промывают от пяти до шести раз горячей водой,  $2 - 3$  раза спиртом.

Тигель с осадком помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре от  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $110 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение  $1 \text{ ч}$ . Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Высушивание и взвешивание осадка повторяют до получения постоянной массы.

**6.5 Обработка результатов измерений**

Массовую долю селена  $X$ , %, при использовании гравиметрического метода вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1)}{m} 100, \quad (3)$$

где  $m_2$  – масса тигля с осадком селена, г;

$m_1$  – масса тигля, г;

$m$  – масса навески селена, г.

6.6 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение трех параллельных определений при условии, что разность между наибольшим и наименьшим результатами в условиях повторяемости при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не превышает значений предела повторяемости  $r$ , приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

6.7 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости  $R$ , приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6.

6.8 При разногласиях в оценке массовой доли селена применяют йодометрический метод.

Библиография

- |   |   |
|---|---|
| [1] Технические условия<br>ТУ 6-09-5360-88            | Фенолфталеин  |
| [2] Технические условия<br>ТУ 6-09-1181-89            | Бумага индикаторная универсальная для определения<br>рН 1–10 и 7–14 |
| [3] Технические условия<br>ТУ 264221-001-05015242-07* | Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)                  |

---

\* Действует на территории Российской Федерации.

---

УДК 669.776:543.06:006.354

МКС 77.120.99

Ключевые слова: селен технический, показатели точности измерений, средства измерений, обработка результатов измерений

---

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>.

Усл. печ. л. 0,93. Тираж 35 экз. Зак. 731.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru