

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т****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<sup>3</sup>.Глицерин по ГОСТ 6259—75, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, перекристаллизованный.

Стандартные растворы сернокислого калия.

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

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг серы.

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

(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<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия и 20—25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> соляной кислоты, 10—15 см<sup>3</sup> воды и нагревают раствор до кипения. Выдерживают полученный раствор в течение 1 ч.

Раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> (или весь объем в зависимости от массовой доли серы. В этом случае раствор упаривают до объема 10—15 см<sup>3</sup> и после охлаждения помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>) помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, прибавляют 0,5—1,0 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 10 см<sup>3</sup> раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), воды до 10 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески селена, г;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> горячей воды. Затем фильтруют через неплотный фильтр, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, добавляют 5—6 см<sup>3</sup> соляной кислоты, выпаривают до влажного состояния, приливают 100—120 см<sup>3</sup> воды и нагревают до начала кипения раствора.

Охлаждают, прибавляют 15—20 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>.

Цинк по ГОСТ 3640—94.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Буферный раствор с рН 9—9,5: навеску хлористого аммония массой 54 г растворяют в 100—150 см<sup>3</sup> воды, приливают 350 см<sup>3</sup> аммиака, доливают водой до 1000 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 10—20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> азотной кислоты, 80—100 см<sup>3</sup> воды и нагревают до кипения. Добавляют 15—20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> воды, прибавляют 10—25 см<sup>3</sup> (в зависимости от количества серы в анализируемом растворе) раствора трилона Б и 5—7 см<sup>3</sup> аммиака. Нагревают до растворения осадка. После охлаждения добавляют 20—25 см<sup>3</sup> 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,  $\text{см}^3$ ;  
 $V_1$  — объем раствора хлористого магния, израсходованного на титрование избытка трилона Б,  $\text{см}^3$ ;  
 $K$  — соотношение молярных растворов трилона Б и хлористого магния: отбирают 10—25  $\text{см}^3$  раствора трилона Б и помещают в коническую колбу вместимостью 250—300  $\text{см}^3$ , разбавляют водой до 100  $\text{см}^3$ , прибавляют 20—25  $\text{см}^3$  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,  $\text{г}/\text{см}^3$ ; $m$  — 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. Мартымяновой*

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