

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

**ВОДА ПИТЬЕВАЯ**

**Метод определения массовой концентрации селена**

**ГОСТ**  
**19413—89**

Drinking water.

Method for determination of selenium mass concentration

ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает флуоресцентный метод определения массовой концентрации селена.

Метод основан на взаимодействии селенит-иона с реактивом 2,3-диаминонафталином (ДАН) в кислой среде с образованием соединения 4,5-бензодиазоселенола, экстрагируемого гексаном.

Это соединение при ультрафиолетовом облучении обладает желто-красной флуоресценцией, интенсивность которой измеряют флуориметром.

Гидроселенид-ион ( $\text{H Se}^-$ ) и селен из органических соединений переводят в селенит-ион обработкой смесью азотной и хлорной кислот, а присутствующие в воде вместе с селенитами селенаты восстанавливают до селенитов нагреванием с концентрированной соляной кислотой.

Предел обнаружения селена с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  составляет  $0,1 \text{ мкг/дм}^3$  при объеме пробы  $100 \text{ см}^3$ , диапазон измерений без разбавления пробы составляет  $0,1\text{—}5 \text{ мкг/дм}^3$ .

## **1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ**

Отбор проб проводят по ГОСТ 24481\*. Объем пробы воды для двух параллельных определений массовой концентрации селена должен быть не менее  $300 \text{ см}^3$ . Пробу воды консервируют добавлением  $3 \text{ см}^3$  концентрированной азотной кислоты плотностью  $1,40 \text{ г/см}^3$  (в расчете на  $1000 \text{ см}^3$  пробы).

## **2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

Флуориметр любой марки с первичным светофильтром, выделяющим линию спектра  $366 \text{ нм}$  (светофильтры СЭС-10, УФС-2 и др.) и вторичным светофильтром, обеспечивающим пропускание максимума флуоресценции при длине волны  $520 \text{ нм}$  (светофильтры ЖС-17 и др.)

Баня песчаная или электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Бумага индикаторная универсальная.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104\*\* 2-го класса точности, наибольший предел взвешивания  $20$  и  $200 \text{ г}$ .

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000.

\*\* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Воронки делительные по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup> 2-го класса точности.

Пипетки мерные с делениями по ГОСТ 29227 вместимостью 2 и 10 см<sup>3</sup> 2-го класса точности, исполнений 1, 2, 8.

Стаканы лабораторные термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>.

Стекла часовые.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 10 и 25 см<sup>3</sup>.

Фильтры беззольные «белая лента».

Карандаш восковой.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 (плотность 1,40 г/см<sup>3</sup>), ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 (плотность 1,19 г/см<sup>3</sup>), ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204 (плотность 1,83 г/см<sup>3</sup>), ч. д. а.

Кислота хлорная по ТУ 6—09—2878, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Гексан по ТУ 6—09—3375, ч.

2,3-диаминонафталин.

Селен металлический по ТУ 6—09—5358, ч.

Соль динатриевая этилендиамин-*N, N, N', N'*-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора трилона Б с массовой долей 2 %

2 г трилона Б растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и фильтруют через фильтр «белая лента».

3.2. Приготовление раствора аммиака с массовой долей 10 %

400 см<sup>3</sup> водного аммиака (с массовой долей 25 %) разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>.

3.3. Приготовление соляной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>

Готовят из фиксанала или из концентрированной соляной кислоты (8,3 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты разбавляют до 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной водой).

3.4. Приготовление 2,3-диаминонафталина с массовой долей 0,1 %

0,100 г 2,3-диаминонафталина растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Раствор подвергают очистке. Для этого 100 см<sup>3</sup> раствора переносят в делительную воронку, приливают 15 см<sup>3</sup> гексана и экстрагируют примеси в течение 1—2 мин. После расслаивания жидкостей гексан отделяют, а солянокислый раствор 2,3-диаминонафталина фильтруют через фильтр «белая лента». Раствор можно использовать в течение двух-трех дней и хранить в холодильнике в склянке из темного стекла.

3.5. Приготовление градуировочных растворов селена

Навеску 0,100 г металлического селена, растертого в порошок, помещают в небольшой стаканчик, приливают 10 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, накрывают стаканчик часовым стеклом и нагревают на водяной бане до

растворения. Затем смывают стекло и стенки стаканчика дистиллированной водой, раствор упаривают на водяной бане до влажных солей. Полученную селенистую кислоту растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и раствор доводят до метки водой. Получают основной градуировочный раствор массовой концентрации селена 100 мкг/дм<sup>3</sup>. Раствор хранится в склянке с пришлифованной пробкой. Срок хранения — до года.

Для построения градуировочного графика готовят рабочий градуировочный раствор массовой концентрации селена 0,10 мкг/см<sup>3</sup>. С этой целью основной градуировочный раствор разбавляют в 1000 раз путем трехкратного ступенчатого разбавления каждый раз в 10 раз раствором соляной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Рабочий градуировочный раствор готовят в день проведения анализа.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В стакан из термостойкого стекла вместимостью 100—150 см<sup>3</sup> отбирают 10—100 см<sup>3</sup> анализируемой воды, в зависимости от содержания селена прибавляют 2—3 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, 3 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают до начала выделения слабых белых паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают дистиллированной водой и вновь нагревают до слабых паров хлорной кислоты. Обработку пробы дистиллированной водой проводят для полного удаления азотной кислоты. К раствору приливают 1 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Затем приливают 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, смывая ею стенки стакана.

Раствор охлаждают и устанавливают рН = 1 по индикаторной универсальной бумаге, прибавляя по каплям раствор аммиака с массовой долей 10 %.

К подготовленной пробе приливают 2,0 см<sup>3</sup> раствора трилона Б с массовой долей 2 %, оставляют раствор на 5 мин, затем добавляют 2,0 см<sup>3</sup> свежеприготовленного раствора 2,3-диаминонафталина с массовой долей 0,1 %. Раствор перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 5 мин. После охлаждения раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 5 или 10 см<sup>3</sup> гексана (в зависимости от размера кювет прибора, измеряющего флуоресценцию). Комплекс селена экстрагируют в течение 1 мин и дают отстояться до разделения фаз. Водную фазу отбрасывают, а органическую фазу фильтруют через сухой фильтр «белая лента» диаметром 5—7 см в пробирку с притертой пробкой, в которой и хранят до перенесения в кюветы флуориметра. Флуориметрирование проводят не позже чем через 1—2 ч. Флуоресценция комплекса селена устойчива при хранении в холодильнике. Измерение флуоресценции возможно проводить на следующий день.

#### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Для построения градуировочного графика в ряд стаканов вместимостью 100—150 см<sup>3</sup> отбирают 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> рабочего градуировочного раствора, что соответствует 0,00; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 мкг селена. В каждый стакан приливают 10—20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 2—3 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, 3 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и