

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ**  
**ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА**

**ГОСТ 12363–79**

**Издание официальное**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

**РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР**

**ИСПОЛНИТЕЛИ:**

**С. М. Новокщенова, Р. Д. Малинина, Г. В. Козина, Р. И. Колясникова**

**ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

**Член Коллегии В. В. Лемпицкий**

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 июня 1979 г. № 2018**

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

**Методы определения селена**

Steels alloyed and highalloyed. Methods for the determination of selenium

**ГОСТ  
12363—79**

Взамен  
ГОСТ 12363—66,  
кроме общих  
указаний

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 июня 1979 г. № 2018 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.  
до 01.01. 1986 г.

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и фотометрический методы определения селена в легированных и высоколегированных сталях при массовых долях от 0,03 до 0,50%.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—75.

**2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА**

**2.1. Сущность метода**

Селен (IV) восстанавливают сернистой кислотой до элементного селена, осадок которого отделяют, а затем растворяют в кислотах. Селен (IV) восстанавливают йодидом калия и титруют выделившийся при этом йод раствором тиосульфата натрия.

**2.2. Реактивы и растворы**

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 2, 1 : 3, 1 : 10.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 4.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор: 1 г крахмала размешивают в 5 мл воды, приливают при перемешивании



100 мл горячей воды, доводят до кипения и охлаждают. Готовят в день употребления.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор: 30 г йодистого калия растворяют в 100 мл воды. Готовят перед употреблением.

Кислота сернистая, 6%-ный раствор. Готовят насыщением воды газообразным сернистым ангидридом, который получают действием серной кислоты на металлическую медь при нагревании.

Насыщение воды газообразным сернистым ангидридом контролируют перманганатометрически титрованием раствора сернистой кислоты.

К 50—70 мл воды в конической колбе вместимостью 250 мл приливают 1 мл насыщенного раствора сернистой кислоты, 15 мл серной кислоты (1 : 4) и титруют 0,1 н. раствором перманганата калия (3,2 г/л) до появления розовой окраски.

Насыщение прекращают, когда на титрование расходуется не менее 15 мл 0,1 н. раствора перманганата калия.

Применяют свежеприготовленный раствор сернистой кислоты.

Селен металлический по ГОСТ 5455—74, ГОСТ 5.1489—72 или ГОСТ 6738—71.

Кислота селенистая, стандартный раствор: 1 г металлического селена растворяют в 50 мл азотной кислоты при нагревании на водяной бане. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 мл полученного раствора содержит 0,001 г селена.

Натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244—76, 0,01 н. титрованный раствор: 2,48 г тиосульфата натрия растворяют в 1 л свежепрокипяченной и охлажденной воды и добавляют 0,1 г углекислого натрия. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Титр раствора устанавливают через 2—3 дня по стандартному раствору селенистой кислоты.

2—4 мл стандартного раствора селенистой кислоты помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 100 мл нагретой до кипения воды и 25 мл соляной кислоты. Добавляют 2 г мочевины, раствор перемешивают и, спустя 20 мин, охлаждают. К раствору приливают 80 мл воды, 10 мл раствора йодистого калия, перемешивают и оставляют на 2—3 мин. Затем приливают 2 мл раствора крахмала и титруют 0,01 н. раствором серновистокислого натрия до исчезновения синей окраски.

Титр раствора тиосульфата натрия ( $T$ ), выраженный в граммах селена, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m_{ct} \cdot V}{V_1 - V_2},$$