

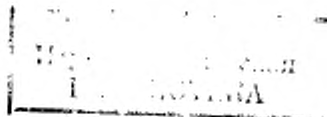


ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА

ГОСТ 12645.11—86

Издание официальное



БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

Изменение № 1 ГОСТ 12645.11—86 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке 15.04.94 (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

ИНДИЙ

Метод определения селена

Indium.

Method for determination of selenium

ГОСТ
12645.11—86*

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.10.86 № 3188 дата введения установлена
01.01.88

Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

1а. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения селена (при массовой доле селена от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %) в индии марки Ин 000.

Метод основан на выделении селена в элементарном виде с мышьяком и отделении от мышьяка соосаждением в элементарном виде на коллекторе — сере и его определении методом инверсионной переменного токовой вольтамперометрии в 0,4 М растворе серной кислоты в присутствии ионов бихромата и меди (II).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22306—77 с дополнением

1.1.1. Контроль точности анализа осуществляют методом стандартной добавки в соответствии с ГОСТ 25086—87.

В качестве добавки используют известный объем раствора селена концентрации 1 мкг/см³, приготовленный на 0,8 моль/дм³ соляной кислоте в день применения.

Процедуру проводят по п. 4.1.

Масса селена в добавке должна составлять 100—200 % от его массовой доли в анализируемой пробе.

Массовую долю селена в добавке определяют по разности $\bar{C}_2 - \bar{C}_1$,

где \bar{C}_1 и \bar{C}_2 — результаты анализа пробы C_1 и пробы с добавкой C_2 , рассчитанные как среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать допустимой величины, указанной в стандарте.

Анализ считают точным, если найденная величина добавки ($\bar{C}_2 - \bar{C}_1$) отличается от расчетного значения добавки на величину не более чем $0,71 \sqrt{d_1^2 + d_2^2}$,

где d_1 и d_2 — допустимые расхождения результатов параллельных определений селена в пробе C_1 и в пробе с добавкой C_2 .

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

*Переиздание (январь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1996 г. (ИУС 9—96)

© Издательство стандартов, 1986
© ИПК Издательство стандартов, 1998

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Требования безопасности — по ГОСТ 12645.10—86.

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Полярграф переменного тока типа ППТ-1 или универсальный типа ПУ-1 со стационарным ртутным электродом и ячейкой полярграфа с внешним анодным отделением. В анодное пространство над ртутью заливают смесь, содержащую $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_3\text{PO}_4:\text{H}_2\text{O}=1:1:2$.

Пипетки по ГОСТ 29227—91 вместимостью 0,1 и 0,2 см³.

Стаканы химические кварцевые по ГОСТ 19908—90 вместимостью 50 и 100 см³.

Пробирки по ГОСТ 25336—82 вместимостью 30 см³.

Перегонный аппарат кварцевый вместимостью 1,5—2 дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, перегнанная в кварцевом аппарате с добавлением марганцовокислого калия.

Баня водяная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и перегнанная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, перегнанная, растворы 0,8; 3 и 6 моль/дм³ и разбавленная 1:1 и 1:10.

Смесь концентрированных азотной и соляной кислот в соотношении 3:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:2 и раствор 1,6 моль/дм³, очищенный от следов селена: к 300 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 0,5 см³ раствора серноватистокислого натрия 300 г/дм³. Скоагулированный при нагревании осадок серы отделяют декантацией. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор 0,5 г/дм³.

Натрий мышьяковокислый двузамещенный, 7-водный раствор: 20,8 г реактива помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 50 мг мышьяка.

Натрий ферриферратокислый по ГОСТ 200—76.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор 100 г/дм³ в 6 моль/дм³ соляной кислоте.

Промывная жидкость. 5 г гидроксиламина гидрохлорида растворяют в 100 см³ 3 моль/дм³ соляной кислоты.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, перекристаллизованный в бидистиллированной воде, раствор 300 г/дм³ и сернокислый раствор: к 10 см³ раствора серноватистокислого натрия приливают 2 см³ серной кислоты. Раствор готовят за 1 мин до применения.

Натрий фосфорнокислый пиро по ГОСТ 342—77, перекристаллизованный в бидистиллированной воде.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, раствор 50 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Полярграфический фон: к 270 см³ 1,6 моль/дм³ серной кислоты приливают 20 см³ раствора двуххромовокислого калия 5 г/дм³, 10 см³ раствора сернокислой меди и перемешивают.

Селен.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Стандартные растворы селена

Раствор А. 0,100 г селена растворяют в смеси азотной и соляной кислот (3:1), приливают 5 см³ серной кислоты, выпаривают до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг селена.

Раствор Б. 5 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки 0,8 моль/дм³ соляной кислотой и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 см³ раствора Б содержит 10 мкг селена.

Раствор В. 10 см³ стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³,

разбавляют до метки 0,8 моль/дм³ соляной кислотой и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 см³ раствора В содержит 1 мкг селена.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1 Навеску индия массой 1,000 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 50 см³, приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают при слабом нагревании досуха. Остаток растворяют в 50 см³ раствора 6 моль/дм³ соляной кислоты, приливают по 0,2 см³ растворов мышьяка и сернистой меди. Проводят два контрольных опыта.

Раствор нагревают до 60 °С, постепенно прибавляя 6–7 г фосфорноватистокислого натрия. После выделения хлопьевидного осадка раствор кипятят в течение 20 мин, оставляют на 2 ч при слабом нагревании, затем осадок отфильтровывают на бумажный фильтр «белая лента». Осадок промывают на фильтре 250–300 см³ соляной кислоты (1:10) и таким же количеством воды. Осадок с фильтра смывают в стакан 10–15 см³ воды, приливают по 1 см³ серной и азотной кислот и выпаривают до появления паров серной кислоты.

Остаток переводят в пробирку 30 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, пробирку помещают в кипящую водяную баню, добавляют 0,5 см³ сернистого раствора серноватистокислого натрия и выдерживают раствор на водяной бане 3 ч, добавляя через 30; 60 мин и в конце осаждения по 0,3 см³ сернистого раствора серноватистокислого натрия. Осадок в пробирке оставляют на ночь.

Осадок с селеном отфильтровывают на бумажный фильтр «белая лента», промывают 250–300 см³ промывной жидкостью и таким же количеством воды. Осадок с развернутого фильтра смывают струей воды в стакан вместимостью 50 см³, приливают 1 см³ азотной кислоты, 1,5 см³ серной кислоты (1:1), 0,5 см³ брома и через 30 мин осторожно выпаривают до появления паров серной кислоты. К остатку приливают 1 см³ азотной кислоты и 0,5 см³ брома и повторяют выпаривание до появления паров серной кислоты.

К остатку в стакане приливают 10 см³ воды, 0,2 см³ раствора двуххромового калия, 0,2 см³ раствора сернистой меди и добавляют 100 мг пиррофосфата натрия. Затем приливают 10 см³ воды, перемешивают, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор переводят в ячейку с выносным ртутносульфатным электродом сравнения, формируют ртутную каплю, включают ячейку и при потенциале минус 0,65 В ведут накопление селена 1–3 мин. При съемке полярограмм используют катодную развертку напряжения. Потенциал пика селена минус 0,9 В. Полярограмму каждого раствора снимают не менее трех раз. Аналогично поступают при регистрации селена в пробах с добавками и в контрольных опытах.

Высоту пика селена измеряют по вертикали, проведенной через вершину пика до пересечения с касательной, соединяющей основание правой и левой ветвей пика. Высоты пиков не должны различаться более чем на 15–20 %.

Массовую долю селена в растворе определяют по методу добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1 Массовую долю селена (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot H}{H_1 \cdot m \cdot 10000},$$

где m_1 — масса добавки селена, мкг

H — высота пика селена пробы за вычетом среднего значения поправки контрольного опыта, мм

H_1 — высота пика селена пробы с добавкой за вычетом высоты пика пробы и среднего значения поправки контрольного опыта, мм

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Абсолютное допускаемое расхождение результатов двух параллельных определений и между результатами двух анализов при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля селена, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
$5 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$
$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-6}$
$2 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
$4 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$0,2 \cdot 10^{-4}$

Допускаемые расхождения для промежуточных содержаний селена находят методом линейной интерполяции.

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Н.Л. Швайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Работовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.98. Подписано в печать 01.04.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч. изд. л. 0,50.
Тираж 117 экз. С354. Зак. 237.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов – тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Цир. № 080102