МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СУРЬМА

Метод определения селена

ГОСТ 1367.8—83

Antimony. Method for the determination of selenium

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6013 дата введения установлена 01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает метод инверсионной переменнотоковой полярографии для определения селена от $2 \cdot 10^{-5}$ до $8 \cdot 10^{-5}$ % в сурьме марки Су0000П.

Метод основан на выделении селена в элементарном виде на коллекторе — сере и определении методом инверсионной переменнотоковой полярографии с накоплением в 0,4 моль/дм^3 растворе серной кислоты в присутствии ионов бихромата и меди (II).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 1367.0—83.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф переменного тока типа ПУ-1.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50, 100 см^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 см^3.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2, 5 см^3.

Цилиндры градуированные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 см^3.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и 3 моль/дм^3 и 6 моль/дм^3 растворы.

Смесь концентрированных азотной и соляной кислот в соотношении 3:1 (обратная царская водка).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73.

Вода бидистиллированная (бидистиллят); готовят перегонкой дистиллированной воды в кварцевом перегонном аппарате.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78, разбавленная 1:1 и 0,4 моль/дм^3 раствор.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой долей 10 % в 6 моль/дм^3 растворе соляной кислоты и раствор с массовой долей 5 % в 3 моль/дм^3 растворе соляной кислоты.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, раствор с массовой долей 30 %.

Молоко серное: к 10 см^3 раствора с массовой долей 30 % серноватистокислого натрия добавляют 2 см^3 концентрированной серной кислоты непосредственно перед употреблением.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в марте 1989 г. (ИУС 6—89).

gost.e-ecolog.ru

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, раствор с массовой долей 5 %.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор, содержащий в 1 $см^3$ 500 мкг меди.

Селен по ТУ 6—09—5358—87.

Стандартные растворы селена.

Раствор А: 0,1 г металлического селена помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют при нагревании в 10 $см^3$ обратной царской водки. Затем добавляют 5 $см^3$ концентрированной серной кислоты, упаривают до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают бидистиллята, кипятят и вновь охлаждают. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят бидистиллятом до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг селена.

Раствор Б: 1 $см^3$ раствора А приливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают 0,4 моль/$дм^3$ раствором серной кислоты до метки и перемешивают; готовят в день употребления.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг селена.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сурьмы марки Су0000П массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ обратной царской водки, упаривают раствор почти досуха на кипящей водяной бане и проводят денитрацию остатка муравьиной кислотой. Избыток муравьиной кислоты удаляют выпариванием с водой. Следы муравьиной кислоты не мешают дальнейшему определению. Затем осадок растворяют в 20 $см^3$ 10 %-ного раствора гидроксиламина в 6 моль/$дм^3$ растворе соляной кислоты, раствор переводят в пробирку и осаждают серу. Для этого пробирку с раствором помещают в кипящую водяную баню, добавляют пипеткой 0,5 $см^3$ серного молока и выдерживают раствор на водяной бане 3 ч. За это время трижды добавляют по 0,3 $см^3$ серного молока — через 30 мин, 1 ч и в конце опыта. На следующий день выделившийся осадок серы, содержащий селен, отфильтровывают через фильтр с белой лентой и промывают сначала 7 раз 5 %-ным раствором гидрохлорида гидроксиламина в 3 моль/$дм^3$ растворе соляной кислоты, а затем 5 раз бидистиллятом. Осадок смывают струей бидистиллята в стакан вместимостью 50 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ азотной кислоты, 1 $см^3$ серной кислоты (1:1), и 0,5 $см^3$ брома и оставляют стакан под часовым стеклом на 30 мин. Затем раствор нагревают на водяной бане до отгонки избытка брома и упаривают на плитке до начала появления паров серной кислоты. К содержимому стакана добавляют 5 $см^3$ бидистиллята, 0,2 $см^3$ раствора двухромовокислого калия и 0,2 $см^3$ раствора сернокислой меди. Раствор доводят бидистиллятом до объема 30 $см^3$ в мерном цилиндре с пробкой и перемешивают.

3.2. Полярографируют раствор в ячейке с выносным меркурсульфатным электродом сравнения на стационарном ртутном электроде. Ртутное дно в анодном отделении заливают смесью серной кислоты, ортофосфорной кислоты и бидистиллята в соотношении 1:1:2. Размер капли соответствует 20 делениям часового индикатора. Время накопления 1—3 мин при потенциале накопления минус 0,6 В. При регистрации полярограмм используют катодную развертку напряжения. Потенциал пика минус 0,8 В. Полярограмму каждого раствора снимают три-четыре раза в интервале потенциалов от минус 0,6 В до минус 1,0 В. Высоту пика измеряют по вертикали, проведенной через вершину пика до пересечения с касательной, соединяющей основания ветвей пика. Концентрацию селена в растворе определяют по методу добавок. С каждой серией проб проводят три контрольных опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю селена (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot H_1}{m\,(H_2 - H_1)} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса селена в добавке, мкг;

H_1 — средняя арифметическая высота пика раствора пробы за вычетом среднего значения высоты пика контрольных опытов, мм;

H_2 — средняя арифметическая высота пика раствора пробы с добавкой за вычетом среднего значения высоты пика контрольных опытов, мм (разность H_2 и H_1 должна быть не меньше H_1 и не больше $3H_1$);

m — масса навески сурьмы, г.

4.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в таблице.

Массовая доля селена, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,000020 до 0,00004 включ.	0,000015	0,00002
Св. 0,00004 » 0,00008 »	0,00002	0,00003

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru