ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА

ГОСТ 12645.11—86

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

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

УДК 669.872:546.23.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Метод определения селена

ГОСТ 12645.11—86*

Indium
Method for determination of selenium

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 $5\ 10^{-6}$ до $1\ 10^{-4}$ %) в индии марки Ин 000.

Метод основан на выделении селена в элементарном виде с мышьяком и отделении от мышьяка соосаждением в элементном виде на коллекторе — сере и его определении методом инверсионной переменно-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/см^3, приготовленный на 0,8 моль/дм^3 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 допускаемой величины, указанной в стандарте

Анализ считают точным, если найденная величина добавки ($\bar{C}_2 - C_1$) 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 — допускаемые 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 Гребования безопасности — по ГОСТ 12645 10—86

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Полярограф переменного тока типа ППТ-1 или универсальный типа ПУ-1 со стационарным ртутным электродом и ячейкой полярографа с внешним анодным отделением. В анодное пространство над ртутью заливают смесь, содержащую $H_2SO_4.H_3PO_4.H_2O$=1 1.2.

Пипетки по ГОСТ 29227 - 91 вместимостью 0,1 и 0,2 см^3.

Стаканы химические кварцевые по ГОСТ 19908—90 вместимостью 50 и 100 см^3.

Пробирки по ГОСТ 25336—82 вместимостью 30 см^3.

Перегонный аппарат кварцевый вместимостью 1,5—2 дм^3

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/дм^3 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/дм^3, очищенный от следов селена: к 300 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 0,5 см^3 раствора сернова-тистокислого натрия 300 г/дм^3. Скоагулированный при нагревании осадок серы отделяют декантацией Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор 0,5 г/дм^3.

Натрий мышьяковокислый двузамещенный, 7-водный раствор. 20,8 г реактива помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки бидистиллированной водой и перемешивают

1 см^3 раствора содержит 50 мг мышьяка

Натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200—76.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор 100 г/дм^3 в 6 моль/дм^3 соляной кислоте

Промывная жидкость 5 г гидроксиламина гидрохлорида растворяют в 100 см^3 3 моль/дм^3 соляной кислоты

Натрий сернова тистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, перекристаллизованный в бидистиллированной воде, раствор 300 г/дм^3 и сернокислый раствор. к 10 см^3 раствора сернова-тистокислого натрия приливают 2 см^3 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 двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, раствор 50 г/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Полярографический фон к 270 см^3 1,6 моль/дм^3 серной кислоты приливают 20 см^3 раствора двухромовокислого калия 5 г/дм^3, 10 см^3 раствора сернокислой меди и перемешивают.

Селен

Ртуть по ГОСТ 4658

Стандартные растворы селена

Раствор А 0 100 г селена растворяют в смеси азотной и соляной кислот (3.1), приливают 5 см^3 серной кислоты, упаривают до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают

1 см^3 раствора А содержит 1 мг селена

Раствор Б 5 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют до метки 0,8 моль/дм^3 соляной кислотой и перемешивают Раствор готовят в день применения

1 см^3 раствора Б содержит 10 мкг селена

Раствор В 10 см^3 стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3,

разбавляют до метки 0,8 моль/дм^3 соляной кислотой и перемешивают. Раствор готовят в день применения

1 см^3 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 см^3, приливают 5 см^3 азотной кислоты и выпаривают при слабом нагревании досуха. Остаток растворяют в 50 см^3 раствора 6 моль/дм^3 соляной кислоты, приливают по 0,2 см^3 растворов мышьяка и сернокислой 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 см^3 соляной кислоты (1:10) и таким же количеством воды. Осадок с фильтра смывают в стакан 10—15 см^3 воды, приливают по 1 см^3 серной и азотной кислот и выпаривают до появления паров серной кислоты.

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

Осадок с селеном отфильтровывают на бумажный фильтр «белая лента», промывают 250—300 см^3 промывной жидкости и таким же количеством воды. Осадок с развернутого фильтра смывают струей воды в стакан вместимостью 50 см^3, приливают 1 см^3 азотной кислоты, 1,5 см^3 серной кислоты (1:1), 0,5 см^3 брома и через 30 мин осторожно выпаривают до появления паров серной кислоты. К остатку приливают 1 см^3 азотной кислоты и 0,5 см^3 брома и повторяют выпаривание до появления паров серной кислоты.

К остатку в стакане приливают 10 см^3 воды, 0,2 см^3 раствора двухромовокислого калия, 0,2 см^3 раствора сернокислой меди и добавляют 100 мг пирофосфата натрия. Затем приливают 10 см^3 воды, перемешивают, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор переводят в ячейку с выносным меркурсульфатным 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 Шнаидер*
Компьютерная верстка *С В Рябовои*

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
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru