ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА

ГОСТ 12363—79

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

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

УДК 669.15-194 : 546.23.06 : 006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

©Издательство стандартов, 1979

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 серноватистокислого натрия до исчезновения синей окраски.

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

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

где $m_{ст}$ — масса селена в 1 мл стандартного раствора, г;
V — объем стандартного раствора селенистой кислоты, взятый на титрование, мл;
V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, мл;
V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, мл.

2.3. Проведение анализа

Навеску стали массой 2 г помещают в стакан вместимостью 300—400 мл, приливают по 15 мл азотной и соляной кислоты и 25 мл воды. Растворяют навеску при умеренном нагревании, а затем выпаривают раствор досуха при слабом нагревании (до 120°С).

К сухому остатку приливают 20 мл соляной кислоты (1 : 2) и содержимое стакана нагревают на водяной бане до растворения солей. Раствор охлаждают, добавляют немного фильтробумажной массы, приготовленной из беззольных фильтров средней плотности («белая лента»), приливают 140 мл соляной кислоты, 70 мл раствора сернистой кислоты и тщательно перемешивают раствор стеклянной палочкой. Стакан помещают на водяную баню с температурой 60—70°С на 30—40 мин, а затем оставляют на ночь. Выпавший осадок элементного селена вместе с фильтровальной массой отфильтровывают на плотный фильтр («синяя лента») и промывают 5—6 раз соляной кислотой (1 : 3), 5—6 раз горячим раствором соляной кислоты (1 : 10) и 5—6 раз горячей водой. Затем фильтр с осадком помещают в стакан, в котором осаждался элементный селен, приливают 25 мл горячей соляной кислоты и 7—10 капель азотной кислоты. Нагревают содержимое стакана до полного растворения осадка элементного селена на водяной бане (10—15 мин), приливают 100 мл нагретой до кипения воды, добавляют 2 г мочевины, перемешивают и оставляют на 20 мин. Затем охлаждают раствор, приливают 80 мл воды, 10 мл раствора йодистого калия, перемешивают и оставляют на 2—3 мин. Приливают 2 мл раствора крахмала и титруют раствором тиосульфата натрия до полного исчезновения синей окраски.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{T \cdot (V - V_1) \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах селена;
V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, мл;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, мл;

m — масса навески стали, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля селена, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,03 до 0,05	0,008
Св. 0,05 „ 0,10	0,01
„ 0,10 „ 0,25	0,02
„ 0,25 „ 0,50	0,03

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА

3.1. Сущность метода

Селен (IV) восстанавливают сернокислым гидразином в присутствии монохлорида йода до элементного селена, осадок которого отделяют, а затем растворяют в кислотах. Селен (IV) в растворе вновь восстанавливают до элементного хлористым оловом в присутствии сернокислой меди и желатина и измеряют поглощение коллоидного раствора элементного селена.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Смесь соляной и азотной кислот, свежеприготовленная: к 150 мл соляной кислоты приливают 50 мл азотной кислоты и перемешивают.

Монохлорид йода, раствор: 0,1395 г йодата калия и 0,0890 г йодида калия растворяют в 125 мл воды и сразу же прибавляют 125 мл соляной кислоты.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, 10%-ный горячий раствор.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, 2%-ный раствор.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, 10%-ный раствор в 20%-ной соляной кислоте.

Желатин по ГОСТ 11293—78, 1%-ный раствор свежеприготовленный: 1 г желатина помещают в коническую колбу, приливают 100 мл воды и оставляют при комнатной температуре на 25—30 мин, перемешивая раствор 3—4 раза, затем раствор на-

гревают до 60—70°С и выдерживают при этой температуре до полного растворения желатина.

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

Кислота селенистая, стандартный раствор: 0,1 г металлического селена растворяют в 10 мл соляной кислоты с добавлением 20—25 капель азотной кислоты при нагревании на водяной бане в конической колбе вместимостью 50 мл, закрытой часовым стеклом. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл полученного раствора содержит 0,1 мг селена.

3.3. Проведение анализа

Навеску стали массой 0,5 г при массовой доле селена от 0,03 до 0,05%, 0,25 г при массовой доле селена от 0,05 до 0,20% и 0,1 г при массовой доле селена от 0,20 до 0,50% помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 мл, приливают 6—7 мл смеси соляной и азотной кислот, колбу закрывают часовым стеклом и растворяют навеску стали при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, смывая стенки колбы 70—80 мл воды. Раствор нагревают на водяной бане до 40—50°С, приливают в колбу 10 мл раствора монохлорида йода, добавляют немного фильтробумажной массы, 15 мл 10%-ного горячего раствора сернокислого гидразина и перемешивают. Колбу с раствором оставляют на водяной бане в течение одного часа. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, осадок элементного селена отфильтровывают на фильтр средней плотности («белая лента») диаметром 7 см. Промывают колбу и фильтр с осадком 3—4 раза малыми порциями воды. Осадок на фильтре растворяют в 5—7 мл горячей соляной кислоты, к которой добавлены три капли азотной кислоты, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 25 мл. Промывают фильтрат малыми порциями горячей воды до тех пор, пока объем фильтрата не достигнет 15 мл. Фильтрат охлаждают до комнатной температуры, вводят в колбу 2 капли раствора сернокислой меди, 2 мл раствора желатина и постепенно, при перемешивании, 2 мл раствора двухлористого олова. Раствор разбавляют до метки водой, перемешивают и через 15—20 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 453 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания 450—480 нм в кювете с толщиной слоя 1 см. В качестве раствора сравнения используют воду. Количество селена в граммах с учетом поправки контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.3.1. *Построение градуировочного графика*

В шесть конических колб вместимостью по 100 мл помещают в зависимости от предполагаемой массовой доли селена в анализи-

руемой пробе 0,1; 0,25 или 0,5 г стали, близкой по составу к анализируемой, но не содержащей селена (см. п. 3.3). В пять колб последовательно приливают 1, 2, 3, 4, 5 мл стандартного раствора селена, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г селена. В каждую колбу добавляют по 6—7 мл смеси соляной и азотной кислот и далее проводят анализ, как указано в п. 3.3. Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта. По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им значениям концентраций селена строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса селена, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески стали, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Редактор *С. И. Бобарыкин*

Технический редактор *Г. А. Макарова*

Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 21.06.79 Подп. в печ. 14.09.79 0,5 п. л. 0,38 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 901

Изменение № 1 ГОСТ 12363—79 Стали легированные и высоколегированные. Методы определения селена

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.06.85 № 1808 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения и слова: мл на $см^3$, л на $дм^3$, «титр» на «массовая концентрация», «1, 2, 6, 10 %-ный раствор» на «раствор 10, 20, 60, 100 $г/дм^3$».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и фотометрический методы определения селена (при массовых долях от 0,03 до 0,50 %), экстракционно-фотометрический метод определения селена (при массовой доле от 0,06 до 0,5 %) полярографический метод определения селена (при массовой доле от 0,05 до 0,50 %) в легированных и высоколегированных сталях».

Раздел 1. Заменить ссылку: ГОСТ 20560—75 на ГОСТ 20560—81.

Пункт 2.2. Исключить ссылку: ГОСТ 5.1489—72;

предпоследний абзац. Заменить слова: «0,01 н. раствором серноватистокислого натрия» на «тиосульфатом натрия с концентрацией эквивалента 0,01 $моль/дм^3$»;

последний абзац. Заменить слова: «Титр раствора тиосульфата натрия (*T*), выраженный в граммах селена, вычисляют по формуле» на «Концентрацию раствора тиосульфата натрия по селену (*T*), $г/см^3$, вычисляют по формуле».

Пункт 2.4.1. Формула. Экспликацию для *T* изложить в новой редакции: «где *T* — концентрация раствора тиосульфата натрия по селену, $г/см^3$»;

Пункт 2.4.2. Заменить слова: «в таблице» на «в табл. 1».

Пункт 3.2. Заменить ссылку: ГОСТ 11293—78 на ГОСТ 23058—78; исключить сылку: ГОСТ 5.1489—72.

Пункт 3.3. Заменить слова: «от 0,05 до 0,20 %» на «свыше 0,05 до 0,20 %»; «от 0,20 до 0,50 %» на «свыше 0,20 до 0,050 %»; «количество селена» на «массу селена».

Пункт 3.3.1. Заменить слова: «концентрацией селена» на «масс селена».

Пункт 3.4.2. Заменить слова: «в таблице» на «в табл. 1».

Стандарт дополнить разделами — 4, 5:

«4. Экстракционно-фотометрический метод

4.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции толуолом комплексного соединения селена (IV) с ортофенилендиамином и измерении светопоглощения полученного экстракта при длине волны 330 нм. Влияние сопутствующих элементов устраняют прибавлением ортофосфорной кислоты и трилона Б.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр с принадлежностями; pH-метр-милливольтметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь соляной и азотной кислот: к 150 $см^3$ соляной кислоты приливают 50 $см^3$ азотной кислоты при перемешивании.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78 или ГОСТ 4204—77, раствор 1:1 и 0,5 $моль/дм^3$.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Ортофенилендиамин, перекристаллизованный, свежеприготовленный раствор с концентрацией 10 $г/дм^3$.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Соль динатриевая-*N*, *N*, *N'*, *N'*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с концентрацией эквивалента 0,1 $моль/дм^3$.

Селен высокой чистоты по ГОСТ 6738—71.

Стандартные растворы селена (IV).

Раствор А (концентрация селена 0,0001 г/см³): 0,1 г селена помещают в стакан, прибавляют 10 см³ азотной кислоты, растворяют при слабом нагревании, прибавляют 10 см³ разбавленного 1:1 раствора серной кислоты и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты.

Образовавшиеся соли растворяют при нагревании в 20—30 см³ воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор Б (концентрация селена 0,00002 г/см³), готовят перед употреблением разбавлением раствора А: 200 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Масса навески пробы в зависимости от массовой доли селена приведена в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля селена, %	Масса навески пробы, г
От 0,06 до 0,1	0,4
» 0,1 » 0,15	0,25
» 0,15 » 0,25	0,15
» 0,25 » 0,5	0,1

Навеску стали помещают в стакан, прибавляют 30 см³ смеси азотной и соляной кислот 1:3, растворяют при слабом нагревании, прибавляют 20 см³ разбавленного (1:1) раствора серной кислоты и выпаривают раствор при слабом нагревании до начала выделения паров серной кислоты. Полученные соли растворяют при нагревании в 30—40 см³ воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухую коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. Аликвотную часть раствора 10 см³ помещают в стакан, прибавляют 20 см³ воды, 2 см³ муравьиной кислоты, 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ трилона Б, перемешивают и прибавляют аммиак водный до pH 1 (контроль по pH-метру). К полученному раствору прибавляют 3 см³ раствора ортофенилендиамина, перемешивают и оставляют на 20 мин. Раствор переводят в делительную воронку, обмывая стенки стакана минимальным количеством воды, прибавляют 10 см³ толуола и встряхивают в течение 2 мин.

После расслоения нижний слой сливают и отбрасывают. Экстракт, содержащий комплексное соединение селена с ортофенилендиамином, фильтруют через стеклянную воронку с ватным тампоном, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 25 см³, и промывают тампон небольшим количеством толуола. Фильтрат в колбе доводят толуолом до метки, перемешивают и фотометрируют на спектрофотометре при $\lambda = 330$ нм в кварцевой кювете с толщиной слоя 10 мм, применяя в качестве раствора сравнения толуол.

4.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть стаканов вместимостью 300—400 см³ последовательно приливают 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 см³ стандартного раствора селена Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006 г селена, прибавляют 30 см³ смеси соляной и азотной кислот 3:1 и далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам селена строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса селена, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески стали, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений, указанных в табл. 1.

5. Полярографический метод

5.1. Сущность метода

Метод основан на регистрации поляризационных кривых восстановления селена (IV) в растворе серной кислоты (0,5 моль/дм^3) на поверхности ртутного капающего электрода. От сопутствующих элементов селен отделяют в виде элементного восстановлением сернокислым гидразином.

5.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф осциллографический ПО-5122 или переменного тока ППТ-1. Допускается применять полярографы других марок.

Ячейка полярографическая, выполненная из стекла, с анодом (донная ртуть) и ртутным капающим катодом, прилагаемая к полярографу.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь соляной и азотной кислот: к 150 см^3 соляной кислоты приливают 50 см^3 азотной кислоты при перемешивании.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78 или ГОСТ 4204—77, раствор 1:1 и 0,5 моль/дм^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202—75.

Раствор, содержащий йодистый калий и йодноватокислый калий: 0,14 г йодистого калия и 0,09 г йодноватокислого калия помещают в стакан, приливают 125 см^3 воды и сразу же 125 см^3 соляной кислоты и перемешивают.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, раствор 100 г/дм^3.

Селен высокой чистоты по ГОСТ 6738—71.

Стандартный раствор селена (IV).

Раствор А с массовой концентрацией селена 0,0001 г/см^3: 0,1 г селена помещают в стакан, прибавляют 10 см^3 азотной кислоты, растворяют при слабом нагревании, прибавляют 10 см^3 разбавленного (1:1) раствора серной кислоты и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты.

Образовавшиеся соли растворяют при нагревании в 20—30 см^3 воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят водой до метки и перемешивают.

5.3. Проведение анализа

Масса навески и разведение раствора в зависимости от массовой доли селена указаны в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля селена, %	Масса навески, г	Вместимость колбы, см^3
От 0,05 до 0,1	1	50
» 0,1 » 0,20	1	100
» 0,20 » 0,50	0,5	100

Навеску стали помещают в стакан, приливают 20 см^3 смеси азотной и соляной кислот 1:3, 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при слабом нагревании. Добавляют 80—90 см^3 теплой воды, 20 см^3 раствора, содержащего йодистый и йодноватокислый калий, 30 см^3 подогретого сернокислого гидразина, немного фильтробумажной массы и выдерживают на теплом месте в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 5—6 раз теплой водой. Затем растворяют осадок 20 см^3 горячей соляной кислоты, содержащей 6—8 капель азотной кислоты, и

промывают фильтр 3—4 раза теплой водой. К раствору приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают осторожно до начала выделения паров серной кислоты, прибавляют 2—3 капли азотной кислоты, обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают до паров серной кислоты.

Содержимое стакана охлаждают, прибавляют 20—30 см³ воды, нагревают до растворения солей. Раствор переводят в мерную колбу соответствующей вместимости (см. табл. 3), доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают до метки раствор серной кислоты 0,5 моль/дм³ и перемешивают. Раствор помещают в электролитическую ячейку и снимают полярограмму от минус 0,5 В до минус 1,2 В, регистрируя пик восстановления селена (IV) при минус 0,85 В.

Для приготовления раствора сравнения в три стакана помещают такое количество стандартного раствора селена А, масса селена в котором близка к массе селена в навеске образца, приливают 20 см³ смеси кислот, 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1. Далее поступают, как указано в п. 5.3.

(Продолжение изменения к ГОСТ 12363—79)

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю селена (X) в процентах находят методом сравнения по формуле

$$X = \frac{m \cdot (H_x - H_к) \cdot 100}{(H_{ст} - H_{ко}) \cdot m_1},$$

где m — масса селена в растворе сравнения, г;

H_x — высота пика селена для раствора анализируемого образца, мм;

$H_{ст}$ — среднее арифметическое значение высоты пика селена для растворов сравнения, мм;

$H_{ко}$ — среднее арифметическое значение высоты пика контрольных опытов, мм;

m_1 — масса навески пробы, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1».

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 9 1985 г.)