

СУРЬМА**Метод определения селена**

Antimony. Method for the determination of selenium

**ГОСТ
1367.8—83**

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6013 срок действия установлен**с 01.01.85****до 01.01.90****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает метод инверсионной переменноточковой полярографии для определения селена от $2 \cdot 10^{-5}$ до $8 \cdot 10^{-5}$ % в сурьме марки Су0000П по ГОСТ 1089—82.

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

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 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 см³.

Пипетки с делениями по ГОСТ 20292—74 вместимостью 1, 2, 5 см³.

Цилиндры градуированные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 см³.



Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и 3 М и 6 М 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 М раствор.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, 10%-ный раствор в 6 М растворе соляной кислоты и 5%-ный раствор в 3 М растворе соляной кислоты.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 30%-ный раствор.

Молоко серное: к 10 см³ 30%-ного раствора серноватистокислого натрия добавляют 2 см³ концентрированной серной кислоты непосредственно перед употреблением.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, 5%-ный раствор.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор, содержащий в 1 см³ 500 мкг меди.

Селен по ГОСТ 5455—74.

Стандартные растворы селена.

Раствор А: 0,1 г металлического селена помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ обратной царской водки. Затем добавляют 5 см³ 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 см³, доводят бидистиллятом до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг селена.

Раствор Б: 1 см³ раствора А приливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают 0,4 М раствором серной кислоты до метки и перемешивают; готовят в день употребления.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг селена.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сурьмы марки Су0000П массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ 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 см³ 10%-ного раствора гидроксилamina в 6 М растворе соляной кислоты, раствор переводят в пробирку и осаждают серу. Для этого пробирку с раствором помещают в кипящую водяную баню, добавляют пипеткой 0,5 см³ серного молока и выдерживают раствор на водяной бане 3 ч. За это время трижды добавляют по 0,3 см³ 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 гидроксилamina в 3 М растворе соляной кислоты, а затем 5 раз бидистиллятом. Осадок смывают струей бидистиллята в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 1 см³ азотной кислоты, 1 см³ серной кислоты (1:1), и 0,5 см³ 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 см³ бидистиллята, 0,2 см³ раствора двуххромовокислого калия и 0,2 см³ раствора сернистой меди. Раствор доводят бидистиллятом до объема 30 см³ в мерном цилиндре с пробкой и перемешивают.

3.2. Полярграфируют раствор в ячейке с выносным ртуть-сульфатным 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 полярogramm используют катодную развертку напряжения. Потенциал пика минус 0,8 В. Полярogramму 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.

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. Абсолютные допускаемые расхождения большего и меньшего из двух результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Массовая доля селена, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,00002 до 0,00004 включ.	0,000015
Св. 0,00004 » 0,00008 »	0,00002

Изменение № 1 ГОСТ 1367.8—83 Сурьма. Метод определения селена

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.03.89 № 624

Дата введения 01.01.90

По всему тексту стандарта заменить обозначение: М на моль/дм³.

Вводная часть. Исключить ссылку: «по ГОСТ 1089—82».

Раздел 2. Заменить слова и ссылки: «10%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %», «5%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %» (2 раза), «30%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %» (2 раза); ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84, СТ СЭВ 223—75 на ГОСТ 27068—86, ГОСТ 5455—74 на ТУ 6—09—5358—87.

(Продолжение см. с. 88)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1367.8—83)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «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, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,000020 до 0,00004 включ.	0,000015	0,00002
Св. 0,00004 » 0,00008 »	0,00002	0,00003

(ИУС № 6 1989 г.)