

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й    С Т А Н Д А Р Т  
С О Ю З А   С С Р

---

**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 Республика Белоруссия Республика Казахстан Республика Молдова Российская Федерация Туркменистан Республика Узбекистан Украина	Азгосстандарт Госстандарт Белоруссии Госстандарт Республики Казахстан Молдовастандарт Госстандарт России Главная государственная инспекция Туркменистана Узгосстандарт Госстандарт Украины

## 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  $5 \cdot 10^{-6}$  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 элементном 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/см<sup>3</sup>, притовленный на 0,8 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты 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  $(\bar{C}_2 - C_1)$  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

★

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

## 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 см<sup>3</sup>.

Стаканы химические кварцевые по ГОСТ 19908—90 вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Пробирки по ГОСТ 25336—82 вместимостью 30 см<sup>3</sup>.

Перегонный аппарат кварцевый вместимостью 1,5—2 дм<sup>3</sup>

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

Медь серноокислая по ГОСТ 4165—78, раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>.

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

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 50 мг мышьяка

Натрий фосфоватистокислый по ГОСТ 200—76.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> в 6 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты

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

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, перекристаллизованный в бидистиллированной воде, раствор 300 г/дм<sup>3</sup> и сернокислый раствор. к 10 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия приливают 2 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Полярграфический фон к 270 см<sup>3</sup> 1,6 моль/дм<sup>3</sup> серной кислоты приливают 20 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия 5 г/дм<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> раствора сернокислой меди и перемешивают.

Селен

Ртуть по ГОСТ 4658

*Стандартные растворы селена*

Раствор А 9 100 г селена растворяют в смеси азотной и соляной кислот (3:1), приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, выпаривают до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг селена

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 10 мкг селена

Раствор Р 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>,