

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ**Методы определения селена**

Technical tellurium. Methods for determination of selenium

**ГОСТ
9816.2—84****Взамен
ГОСТ 9816.2—74**

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 июня 1984 г. № 2149 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения массовой доли селена в техническом теллуре: экстракционно-фотометрический в диапазоне концентраций от 0,005 до 0,2%; титриметрический в диапазоне концентраций от 0,2 до 2%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 9816.0—84.

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на взаимодействии ортофенилендиамина с селенидами в слабокислой среде при pH 0—2,5. Комплекс экстрагируется бензолом. Максимум светопоглощения окрашенного соединения наблюдается при длине волны 315—335 нм. Для связывания железа следует добавить фосфорную кислоту, висмута — трилон Б. Если теллур не содержит висмута, трилона Б не добавляют.

2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78 с диапазоном измерений от 315 до 360 нм, погрешностью не более 10 нм.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 10678—76.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 400 г/дм³.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,1 моль/дм³.

Ортофенилендиамин, индикатор, раствор 10 г/дм³.

Универсальная индикаторная бумага.

Селен по ГОСТ 5455—74.

Растворы селена.

Раствор А: навеску селена массой 0,05 г помещают в стакан вместимостью 100—200 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, 5—7 капель азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения селена. Затем приливают 20 см³ воды и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 15 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг селена.

Раствор Б: аликвотную часть раствора 5 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг селена.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску теллура массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 100—200 см³, приливают 10—15 см³ соляной кислоты, 2—3 см³ азотной кислоты, закрывают стакан покровным стеклом и осторожно нагревают до удаления окислов азота.

Стекло со стакана снимают, обмывают его водой над стаканом, помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50—200 см³ (в зависимости от массовой доли селена), разбавляют водой до метки и перемешивают. Если массовая доля селена 0,001—0,005%, то следует использовать весь раствор.

Отбирают аликвотную часть раствора 5—10 см³ и помещают ее в стакан (колбу) вместимостью 100—150 см³. Приливают воду до объема 30—35 см³, добавляют 10 см³ раствора лимонной кислоты, 1 см³ муравьиной кислоты, 5 см³ фосфорной кислоты и 0,5 см³ раствора трилона Б и перемешивают. Устанавливают значение рН 1—1,5 по универсальной индикаторной бумаге, добавляя аммиак. Затем прибавляют 3 см³ раствора ортофенилендиамина и оставляют на 15—20 мин.

Полученный раствор помещают в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, приливают 5 см³ бензола и экстрагируют

в течение $(2 \pm 0,1)$ мин. Экстракт сливают в сухую пробирку и измеряют величину оптической плотности раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания при длине волны 335 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит бензол. Массу селена определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи стаканов (колб) вместимостью по 100—150 см³ помещают соответственно 1, 2, 3, 4, 7 и 15 см³ раствора Б и далее поступают как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

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

V — объем раствора в мерной колбе, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески теллура, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Массовая доля селена, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01 включ.	0,001
Св. 0,01 до 0,03 включ.	0,003
» 0,03 » 0,06 »	0,007
» 0,06 » 0,15 »	0,02
» 0,15 » 0,3 »	0,06
» 0,3 » 1,0 »	0,1
» 1,0	0,4

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции между селенитом и тиосульфатом с образованием селенпентатионата и тетратионата в присутствии избытка тиосульфата. Определение селена — йодометрическим титрованием.

3.2. Реактивы, растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 9.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор 50 г/дм³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор 5 г/дм³.

Селен по ГОСТ 5455—74.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор в спирте 1 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Гидроксиламина гидрохлорид (солянокислый гидроксиламин) по ГОСТ 5456—79.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, раствор 0,05 моль/дм³: навеску соли массой 12,5 г растворяют в 1000 см³ воды и отфильтровывают в склянку из темного стекла. Через 5—6 сут устанавливают массовую концентрацию раствора.

Установление массовой концентрации раствора тиосульфата натрия

Навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, прибавляют 10—12 см³ соляной кислоты, 1 см³ азотной кислоты, закрывают колбу покровным стеклом и слабо нагревают до растворения навески. Затем стекло снимают, обмывают его водой над колбой, приливают в колбу 80—100 см³ горячей воды, добавляют 4—4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 15—20 мин раствор охлаждают в проточной воде и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия до щелочной реакции. К раствору приливают 20—25 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и охлаждают. Затем полученный раствор титруют раствором тиосульфата натрия, добавляют его при перемешивании, постепенно, небольшими порциями до 21—23 см³. После этого к раствору приливают 2—3 см³ раствора йодистого калия, 2—3 см³ раствора крахмала и продолжают титрование (из микробюретки) выделившегося йода раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия (T), г/см³ по селену, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески селена, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³.

3.3. Проведение анализа

Навеску теллура массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты и 2 см³ азотной кислоты, закрывают покровным стеклом и слабо нагревают до растворения навески, затем стекло снимают, обмывают его над колбой и осторожно выпаривают раствор на теплом месте плиты до получения влажного остатка (лучше на водяной бане).

Затем приливают 20—25 см³ соляной кислоты и 60—80 см³ воды, добавляют немного фильтробумажной массы, 2—2,5 г гидроксиламина и перемешивают. Оставляют на 2—3 ч на теплом месте плиты до коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты (1 : 9), а затем 6—8 раз горячей водой.

Осадок селена вместе с фильтром переносят в колбу, в которой проводили осаждение, прибавляют 15—20 см³ соляной кислоты и 1 см³ азотной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения осадка. К полученному раствору приливают 80—100 см³ горячей воды, добавляют 4—4,5 г мочевины и далее продолжают, как указано в п. 3.2 при установлении массовой концентрации раствора тиосульфата натрия.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю селена (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора тиосульфата натрия, г/см³ селена;

m — масса навески теллура, г.

3.4.2. Абсолютное допускаемое расхождение результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должно превышать величин, приведенных в таблице.

3.4.3. При разногласиях в оценке качества теллура применяют экстракционно-фотометрический метод.

Изменение № 1 ГОСТ 9816.2—84 Теллур технический. Методы определения селена

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.05.86 № 1229 срок введения установлен

с 01.11.86

Пункт 2.1 после слова «бензолом» дополнить словами: «или толуолом»

Пункт 2.2 Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр типа СФ-4А, или СФ-26, или другого типа»;
дополнить абзацем (после первого):

(Продолжение см. с 54)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9816.2—84)

«Толуол по ГОСТ 5789—78, перегнанный»;

после слов «раствор 10 г/дм³» дополнить словом «свежеприготовленный»

Пункт 231 Первый абзац. Заменить значения 0,5—1 г на 0,5 г;

третий абзац Заменить слова «Приливают воду до объема 30—35 см³ добавляют 10 см³ раствора лимонной кислоты, 1 см³ муравьиной кислоты» на «К аликвотной части приливают 10 см³ свежеприготовленного раствора лимонной кислоты, разбавляют водой до объема 30—35 см³, добавляют 1 см³ муравьиной кислоты»;

четвертый абзац после слов «5 см³ бензола» дополнить словами: «или толуола»;

(Продолжение см с. 55)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9816.2—84)

заменить слова. «величину оптической плотности раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания при длине волны 335 нм и кювету с толщиной поглощающего

(Продолжение см. с. 56)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9816.2—84)

слоя 10 мм» на «оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 335 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит бензол или толуол».

(ИУС № 8 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9816.2—84 Теллур технический. Методы определения селена

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3908

Дата введения 01.07.90

Пункт 2.2. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5455—74».

Пункт 2.3.1. Третий абзац. Заменить значение: 0,5 см³ на 0,5—1,0 см³;
четвертый абзац. Заменить значение: 335 нм на 315 нм.

Пункты 2.4.2, 3.4.2 изложить в новой редакции: «Разность наибольшего и наименьшего результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значения абсолютного допускаемого расхождения, приведенного в таблице».

Пункт 3.2. Исключить ссылки: «по ГОСТ 5455—74», «по ГОСТ 5850—72», «по СТ СЭВ 223—75».

(ИУС № 3 1990 г.)