

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ
Методы определения селена**ГОСТ**
9816.2-84

Technical tellurium. Methods for determination of selenium

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 ортофосфендиамина с селенионами в слабощелочной среде при pH 0—2,5. Комплекс экстрагируется бензолом. Максимум поглощения 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

42-95
74

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 этилендиамина-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 селенпентаionato и тетраionato 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 серноватистоокислый (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.