

ТЕЛЛУР ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод определения селена

Tellurium of high purity. Method for
determination of selenium

**ГОСТ
19709.2—83**

Взамен
ГОСТ 19709.2—74

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 сентября 1983 г. № 4535 срок действия установлен

с 01.01.85

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения массовой доли селена в диапазоне концентраций от 0,0001 до 0,02% в теллуре высокой чистоты.

Метод основан на образовании соединения селена с *o*-фенилендиамином при pH 1—2, поглощающего свет в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 335 нм. Образующееся соединение экстрагируется бензолом. Теллур связывается лимонной кислотой.

Стандарт полностью соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 5095—75.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22306—77 с дополнением.

1.1.1. Для вычисления результата анализа выполняют три параллельных определения.

1.1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом стандартной добавки.

Массовая доля селена в добавке (стандартном растворе) должна составлять 50—100% ее содержания в анализируемом материале.

Величину добавки 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 , рас-

считанные как среднее арифметическое из трех параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать допускаемых величин, указанных в стандарте.

Результат анализа считается правильным, если найденная величина добавки отличается от расчетного значения не более чем на $0,7 \sqrt{d_{n_1}^2 + d_{n_2}^2}$, где d_{n_1} и d_{n_2} — допускаемые расхождения между результатами параллельных определений селена в пробе C_1 и в пробе с добавкой C_2 .

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Требования безопасности — по ГОСТ 19709.1—83.

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр любого типа для измерения светопоглощения в ультрафиолетовой области спектра.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 50%-ный раствор.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,1 М раствор.

о-Фенилендиамин солянокислый, 1%-ный раствор, свежеприготовленный (реактив должен быть светлым).

Бензол по ГОСТ 5955—75 или толуол по ГОСТ 5789—78.

Бумага индикаторная универсальная.

Селен по ГОСТ 5455—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Приготовление стандартных растворов селена

Раствор А 50,0 мг селена растворяют в 10 см³ соляной кислоты с добавлением 5—7 капель азотной кислоты при нагревании на водяной бане, добавляют 20 см³ воды.

Охлажденный раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 15 см³ соляной кислоты и доводят водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг селена.

Раствор Б: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ соляной кислоты и доводят водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,002 мг селена.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Навеску теллура массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 15 см³ соляной и 2 см³ азотной кислот. Колбу накрывают часовым стеклом и нагревают на водяной бане до растворения теллура. Часовое стекло снимают и упаривают раствор до объема 5 см³. При массовой доле селена более 0,001 % раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и отбирают аликвотную часть, содержащую 2—16 мкг селена.

К охлажденному раствору или к его аликвотной части прибавляют 25 см³ воды, 12 см³ раствора лимонной кислоты, 3 см³ раствора трилона Б и 1 см³ муравьиной кислоты. Устанавливают рН раствора равным 1—2 по универсальной индикаторной бумаге, прибавляя по каплям аммиак. Приливают 1 см³ раствора о-Фенилендиамина и оставляют на 20 мин.

Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 150 см³, прибавляют 25 см³ бензола (толуола) и экстрагируют 2 мин. После расслаивания жидкостей органический слой сливают в сухую пробирку и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 335 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Содержание селена устанавливают по градуировочному графику.

5.2. Для построения градуировочного графика в конические колбы вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 1; 2; 4; 8; 12 и 16 мкг селена. В каждую колбу приливают воду до 30—35 см³, 8 см³ раствора лимонной кислоты и далее поступают как указано в п. 5.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям селена строят градуировочный график.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m}{m_1 \cdot 10000},$$

где m — масса селена, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_1 — масса навески теллура, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов трех параллельных определений.

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

| Массовая доля селена, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|-------------------------|---------------------------------------|
| 0,0001 | 0,00007 |
| 0,0002 | 0,0001 |
| 0,0005 | 0,0002 |
| 0,001 | 0,0003 |
| 0,002 | 0,0006 |
| 0,005 | 0,002 |
| 0,01 | 0,003 |
| 0,02 | 0,006 |

Абсолютные допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей селена рассчитывают методом линейной интерполяции.