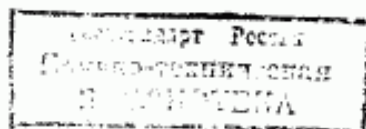


ГОСТ 20996.10—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

Издание официальное



БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

**ГОСТ
20996.10—82***

Методы определения теллура

Selenium. Methods of tellurium determination

Взамен
ГОСТ 10431—63
в части разд. VII

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

с 01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и фотометрический методы определения теллура (при массовой доле теллура 0,03—0,6 %).
(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

2.1 Сущность метода

Метод основан на полярографировании раствора, содержащего ионы теллура, на фоне гидроксида натрия в интервале потенциалов от минус 0,8 до минус 1,4 В.

2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф типа ППТ-1 или ПУ-1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Натрий сернистокислый 7-водный по ТУ 6—09—1457—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Теллур по ТУ 48—6—99—87, ТУ 6—04—65—82.

Стандартные растворы теллура.

Раствор А: навеску теллура массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 8—10 см³ соляной кислоты, прибавляют 5—8 капель азотной кислоты и нагревают до растворения навески. Охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг теллура.

Раствор Б: от раствора А отбирают аликвотную часть 10 см³ и помещают ее в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг теллура.

2.3. Проведение анализа

Навеску селена 0,5—2 г (в зависимости от массовой доли теллура) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 15—30 см³ азотной кислоты и нагревают до растворения навески. Выпаривают досуха и выдерживают остаток на плите 8—10 мин. Эту операцию повторяют, прибавив 3—5 см³ азотной кислоты и выпарив досуха остаток.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Издание (июль 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

К сухому остатку добавляют 10—12 см³ раствора гидроокиси натрия, 20—25 см³ воды и нагревают до растворения солей, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5—7 см³ гидроокиси натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Для полярографирования отбирают в сухой стакан 10 см³ раствора, прибавляют 1 г сульфата натрия, перемешивают и через 5 мин переносят в электролизер. Полярографирование ведут в интервале потенциалов от минус 0,8 до минус 1,4 В по отношению к донной ртути.

Массу теллура в анализируемом растворе находят методом добавок. Для этого аликвотную часть стандартного раствора А (от 0,2 до 0,6 см³) добавляют в анализируемый раствор, перемешивают в течение 2 мин и полярографируют как и в случае анализируемого раствора. Величину стандартной добавки подбирают так, чтобы высота пика теллура увеличилась в 2—3 раза по сравнению с высотой пика теллура в растворе.

2.1—2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{H \cdot 50 \cdot 100}{m \cdot K \cdot 1000},$$

где H — высота пика исследуемого раствора, мм;

K — коэффициент пересчета, равный

$$K = \frac{K_1 + K_2}{2}; \quad K_1 = \frac{H_1 - H}{C_1}; \quad K_2 = \frac{H_2 - H}{C_2},$$

где H_1 и H_2 — высота пиков, получаемых при полярографировании анализируемых растворов с добавками стандартного раствора теллура, мм;

C_1 и C_2 — концентрация стандартных растворов теллура, мг/см³;

m — масса навески селена, г.

2.4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в таблице.

| Массовая доля теллура, % | Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов | |
|--------------------------|---|--|
| | параллельных определений | полученных в лабораториях разных предприятий |
| От 0,030 до 0,060 включ. | 0,006 | 0,009 |
| Св. 0,060 * 0,150 * | 0,008 | 0,014 |
| * 0,15 * 0,30 * | 0,01 | 0,02 |
| * 0,30 * 0,60 * | 0,03 | 0,05 |

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения ионов теллура с диэтилдитиокарбаматом натрия и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 410—420 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

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

Натрия N, N'-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, раствор 10 г/дм³.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 100 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 10 г/дм³.

Метилкрезоловый фиолетовый, индикатор: раствор 1 г/дм³ в спирте (допускается использование реактива квалификации ниже ч. д. а.).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску селена массой 0,5 или 1 г помещают в стакан вместимостью 200—300 см³, приливают 15—20 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и выдерживают без нагревания до прекращения бурного выделения окислов азота. Стекло (пластинку) снимают, обмывают водой над стаканом и выпаривают раствор до влажного состояния. Выпаривание с 5—7 см³ азотной кислоты повторяют два раза, каждый раз выпаривая досуха.

Приливают к сухому остатку 5—7 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. Добавляют 30—40 см³ воды, нагревают до кипения и кипятят до растворения солей. После охлаждения полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть 5—20 см³ (в зависимости от массовой доли теллура) и переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 см³. К раствору добавляют 2—3 капли индикатора и нейтрализуют аммиаком до фиолетовой окраски. Приливают 1 см³ трилона Б и снова аммиак до появления фиолетовой окраски раствора.

К нейтрализованному раствору добавляют 1 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 20—30 см³ четыреххлористого углерода и проводят экстракцию в течение 1 мин.

После расслоения органическую фазу помещают в кювету с толщиной поглощающего слоя 20 мм и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 415 нм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу теллура находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть делительных воронок вместимостью 150—200 см³ помещают 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 и 1,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,15 мг теллура, добавляют воды до 20 см³ и нейтрализуют аммиаком до слабощелочной реакции. Приливают 1 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и далее анализ проводят как указано в п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

где m_1 — количество теллура, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески селена, г.

3.4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартымяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Слано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 16.08.2000. Усл. печ. л. 0,47.
Уч.-изд. л. 0,37. Тираж 106 экз. С 5647. Зак 704.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.

Плр № 080102