МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (ВИМС)



Научный совет по аналитическим методам

Химико-спектральные методы

Инструкция № 198-ХС

ТЕЛЛУР

Москва
1982

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа Министра геологии № 496 от 29 октября 1976 г.

4. При выполнении анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами и Научным советом по аналитическим методам.

Воспроизводимость и правильность результатов анализа руд и горных пород оценивается согласно Методическим указаниям НСАМ "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ".

Примечание: Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим способом.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный совет по аналитическим методам при ВИМСе

Химико-спектральные методы
Инструкция № 198-ХС

Согласовано
Зам. начальника
Технического управления
Мингео СССР
И.И.Малков

ЭКСТРАКЦИОННОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕЛЛУРА В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья (ВИМС)

Москва, 1982

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. инструкция № 198-ХС рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб – I категория.

(Протокол № 39 от 15.IУ.82 г.)

Председатель НСАМ	Г.В.Остроумов
Председатель секции спектральных методов	В.В.Королев
Ученый секретарь	Р.С.Фридман

Инструкция № 198-ХС рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76г. научным советом по аналитическим методам (протокол № 39 от 15.IУ.82г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I декабря 1982 г.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕЛЛУРА В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ[x)]

Сущность метода

Методика экстракционного атомно-абсорбционного определения теллура в минеральном сырье, разработанная И.И.Назаренко, И.В.Кисловой и Г.Е.Каленчук[3,4], заключается в кислотном разложении пробы, отделении теллура от Fe, Cu, Au, Tl, Se, Cr VI, Ge IV, Mo VI, Bi, Sb, Sn, Co, Ni, Pb, Zn двумя последовательными экстракциями метилизобутилкетоном из 5 М по соляной кислоте раствора и измерении атомной абсорбции теллура.

Перед первой экстракцией TeIУ окисл. хромат калия до неэкстрагируемого метилизобутилкетоном Te УI и из раствора, содержащего окислитель ($K_2Cr_2O_7$), экстрагируют Fe III, Cr VI, Au III, Tl III, Sn IV, Mo VI, As V, Sb V. Теллур при этом остается в солянокислом растворе. Раствор кипятят для восстановления Te УI до Te IУ. Вторая экстракция позволяет достаточно избирательно и количественно извлечь теллур. На этой стадии теллур отделяется от Bi, Ni, Co, Pb, Zn и от основной массы селена. Полученный экстракт распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение резонансного излучения теллура. Содержание теллура в пробе рассчитывают по градуировочному графику.

Методика предназначена для определения теллура в минеральном сырье при его содержании от 2.10^{-4}% до 5.10^{-2}%.

---

x) Внесена лабораторией физико-химических методов анализа ИМГРЭ.

Состав анализируемого сырья не влияет на экстракцию теллура, а следовательно, и на правильность результатов анализа. Выход теллура после экстракции метилизобутилкетоном в две стадии составляет 90-95%. Потери теллура при первой экстракции учитывают, вводя в формулу для расчета эмпирический коэффициент 1,08; потери при второй экстракции учитывать не нужно, так как анализируемый раствор и растворы шкалы для построения графика экстрагируют метилизобутилкетоном в одинаковых условиях.

В табл.1 даны допустимые расхождения[2] между повторными определениями теллура ($Д_{доп}$), расхождения, полученные авторами инструкции ($Д_{эксп}$), и запас точности ($Z = \frac{Д_{доп}}{Д_{эксп}}$).

Таблица I

Допустимые расхождения[2] ($Д_{доп}$), фактические расхождения ($Д_{эксп}$) и запас точности (Z)

Содержание Te, %	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z
0,02 - 0,049	30	32	0,9
0,01 - 0,019	40	36	1,1
0,005- 0,0099	50	39	1,3
0,002- 0,0049	60	45	1,3
0,001- 0,0019	77	50	1,5
0,0005-0,00099	83	56	1,5
0,0002-0,00049	83	64	1,3

Реактивы и материалы

1. Азотная кислота х.ч. d[x)] = 1,40.

2. Соляная кислота х.ч. d = 1,19; 9 М, 5 М и 1 М растворы.

3. Фтористоводородная кислота ч., 40%-ный раствор.

4. Калий двухромовокислый х.ч., 1%-ный раствор.

x) d - относительная плотность.

5. Метилизобутилкетон ч., насыщенный 5 М HCl. В делительную воронку помещают метилизобутилкетон и 5 М раствор соляной кислоты в отношении I:2, встряхивают I-2 мин и оставляют до разделения фаз. Соляную кислоту отбрасывают, а метилизобутилкетон используют для экстракции.

6. Смесь азотной d I,40 и соляной d I,I9 кислот в отношении I:3 (царская водка).

7. Стандартные растворы теллура.

Раствор А. Навеску 0,0625 г двуокиси теллура растворяют при нагревании на водяной бане в 50 мл соляной кислоты d I,I9. Раствор переносят в мерную колбу на 500 мл, доливают водой до метки и тщательно перемешивают. В I мл раствора А содержится I00 мкг теллура.

Раствор Б. В мерную колбу на I00 мл помещают I0 мл раствора А, доливают до метки I М раствором соляной кислоты и перемешивают. В I мл раствора Б содержится I0 мкг теллура.

Аппаратура и принадлежности

I. Атомно-абсорбционный спектрофотометр Перкин-Элмер, модель 403 или другой прибор, близкий по аналитическим параметрам.

2. Спектральные лампы с полым катодом, излучающие спектр теллура.

3. Ацетилен в баллонах.

4. Редуктор к баллонам.

5. Фильтр для очистки ацетилена.

Ход анализа

I. Разложение пробы

Навеска составляет 0,I г для предполагаемых содержаний теллура $n.10^{-2}$ - $n.10^{-3}$% и I-2 г для содержаний $n.10^{-4}$ - $n.10^{-5}$%.

Сульфидные руды разлагают царской водкой (I0-20 мл) при нагревании на плитке. Раствор упаривают до влажных солей, остаток растворяют при нагревании в I0мл I М раствора HCl, раствор фильтруют в стакан через фильтр с белой лентой, не-

растворившийся остаток промывают на фильтре I М раствором HCl (5 мл).

Силикатные горные породы и другие материалы, содержащие кремний, разлагают в платиновых чашках. К навеске в чашке приливают по 10-20 мл (в зависимости от величины навески) фтористоводородной и азотной кислот, выпаривают до влажных солей, переносят содержимое чашки в стакан (смывая остаток водой), добавляют 3 мл HCl d 1,19 и снова выпаривают до влажных солей. Остаток растворяют при нагревании в 10 мл 1М раствора HCl и продолжают как при анализе сульфидных руд.

2. Экстракционное концентрирование

К фильтрату в стакане добавляют 0,5 мл 1%-ного раствора $K_2Cr_2O_7$ и оставляют на 10 мин для окисления Te IV до Te VI. Концентрацию соляной кислоты в растворе доводят до 5 М, добавляя равный объем (15 мл) 9 М раствора HCl. Раствор переносят в делительную воронку, добавляют 10 мл метилизобутилкетона, насыщенного 5 М HCl, и встряхивают 30 сек. Органическую фазу отбрасывают. Солянокислый раствор переносят в стакан и кипятят в течение 10 мин для разрушения окислителя и восстановления Te VI до Te IV. Остывший раствор помещают в делительную воронку и экстрагируют теллур метилизобутилкетоном (5 мл) в течение 1 мин. Неорганическую фазу отбрасывают, экстракт переносят в пробирку и определяют теллур в тот же день.

3. Измерение атомной абсорбции

Экстракт, содержащий теллур, распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют атомную абсорбцию теллура (линия 214,3 нм) на атомно-абсорбционном спектрофотометре. При измерении на приборе Перкин-Элмер, модель 403, необходимо соблюдать следующие условия: ток лампы с полым катодом – 30 ма; ширина щели – 0,3 мм; скорость потока ацетилена для органических растворителей – 2,4 л/мин (возможный минимальный предел); скорость потока воздуха 12,4 л/мин. Режим работы прибора устанавливают по метилизобутилкетону, насыщенному 5М HCl.

Закончив измерения, промывают распылительную систему водой. Содержание теллура в экстракте определяют по градуировочному графику.

4. Построение градуировочного графика

В делительные воронки помещают 0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5 мл стандартного раствора Б (0; 2,5 ; 5; 10; 15; 25 мкг теллура), доливают до 30 мл 5 М раствором HCl, экстрагируют теллур и измеряют атомную абсорбцию как описано выше. Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание теллура (мкг/мл) в экстракте, по оси ординат – атомную абсорбцию.

5. Вычисление результатов анализа

Содержание теллура в пробе (С,%) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{a \cdot V \cdot K \cdot 100}{H \cdot 10^6} \%, \text{ где}$$

a – содержание теллура в экстракте, найденное по градуировочному графику, мкг/мл;
V – объем экстракта (5 мл);
K – эмпирический коэффициент для учета потери теллура при первой экстракции (K = 1,08);
H – навеска пробы, г.

Техника безопасности

При работе с высоким напряжением и горючим газом необходимо строго соблюдать меры безопасности, предусмотренные инструкцией[1]. При всех химических операциях следует придерживаться общих правил работы в химической лаборатории.

Литература

1. Инструкция по технике безопасности при лабораторных работах, Госгеолтехиздат, М., 1961.
2. Методы лабораторного контроля качества аналитических

работ. Методические указания НСАМ № 9, М., ВИМС, 1975.

3. Назаренко И.И., Каленчук Г.Е., Кислова И.В. Атомно-абсорбционное определение теллура в рудах после экстракции метилизобутилкетоном. Ж. аналит.химии, 31, 498 (1976).

4. Назаренко И.И., Кислова И.В., Рабинович Б.С. Экстракционное концентрирование теллура метилизобутилкетоном в анализе руд и минералов. Ж.аналит.химии, 30, 1389 (1975).

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52-Х № 53-Х	№ I03-Х
№ 92-Х	№ II3-Х
№ 90-Х	№ II5-Х
№ 9-ЯФ	№ II6-ЯФ
№ I3-Х	№ II9-Х
№ I07-С	№ I4I-С
№ 8-С	№ I50-С
№ 95-ЯФ	№ I58-ЯФ
№ 69-Х	№ I63-Х
№ 78-Х	№ I74-Х
№ I03-С	№ I77-С

Инструкция № 198-ХС
Заказ № 139. Л-80518. Подписано к печати 11/XI-82г.
Объем 0,5 уч.-изд.л. Тираж 700
Ротапринт ОЭИ ВИМСа

ВНЕСЕНО
Научным советом по аналитическим методам
I.XII.1974 г.

"УТВЕРЖДАЮ"
Начальник управления научно-исследовательских организаций Мингео СССР, член коллегии
25 декабря 1974 г. Н.П.ЛАВЕРОВ

КЛАССИФИКАЦИЯ
ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент к допустимому среднеквадратичному отклонению
I	Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля*) (см. Приложение)	0,33
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±I,50%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±I,50%	
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,33
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±0,80%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±0,80%	
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
IV	Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2
V	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
VI	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
VII	Полуколичественный анализ		Воспроизводимость определения 4-I0 цифр (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%
VIII	Качественный анализ		Точность определения не нормируется

Возрастание погрешности

*) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", М., ВИМС, 1975г.

gost.e-ecolog.ru