УДК 546.24—482:546.22.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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 *о*-фенилендиамином при pH 1—2, поглощающего свет в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 335 нм. Образущееся 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 $\overline{C}_2 - \overline{C}_1$, где $\overline{C}_1$ и $\overline{C}_2$ — результаты анализа пробы C_1 и пробы с добавкой C_2, рас-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© gost.e-ecolog.ru

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 дабовкой 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 pH 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.

Изменение № 1 ГОСТ 19709.2—83 Теллур высокой чистоты. Метод определения селена

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.02.89 № 269

Дата введения 01.09.89

Наименование стандарта. Заменить слово «**метод**» на «**методы**», «method» на «methods».

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-флуориметрический (при массовой доле селена от 0,000005 до 0,0005 %) и спектрофотометрический (при массовой доле селена от 0,0001 до 0,02 %) методы определения селена в теллуре высокой чистоты»;

второй абзац. Заменить слово: «метод» на «спектрофотометрический метод»;

третий абзац исключить.

Пункт 1.1.1 изложить в новой редакции: «1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений».

Пункт 1.1.2. Заменить значения и слова: «50—100 % на 80—120 %, «из трех» на «из двух».

Раздел 3. Заменить слова: «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 50 %», «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %».

Пункт 5.1. Первый абзац. Заменить значение: 1 г на 1,000 г.

Пункт 6.1. Второй абзац исключить.

Пункт 6.2 изложить в новой редакции: «6.2. Разность двух результатов на-

(Продолжение см. с. 64)

раллельных определений и разность двух результатов анализа с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля селена, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00005	0,00007
Св. 0,00020 » 0,00050 »	0,00008	0,00012
» 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0003	0,0004
» 0,0030 » 0,0100 »	0,0006	0,0008
» 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004

Стандарт дополнить разделом — 7:

«7. Экстракционно-флуориметрический метод определения селена

7.1. Сущность метода

Метод основан на образовании соединения селена с 2,3-диаминонафталином, извлечении его н-гексаном и измерении интенсивности люминесценции экстракта.

(Продолжение см. с. 65)

7.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофлуориметр М-850 или аналогичный.

Бумага индикаторная универсальная.

Ступка агатовая.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, раствор 0,1 моль/дм^3.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73.

Аммиак водный по ГОСТ 24147—80.

н-Гексан.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—87.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,025 моль/дм^3.

2,3-диаминонафталин раствор 5 г/дм^3; навеску реактива массой 0,5 г растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты, раствор переводят в делительную воронку вместимостью 150 см^3 и экстрагируют примеси 30 см^3 н-гексана 1 мин. Водную фазу сливают в темную склянку с притертой пробкой; раствор пригоден для применения в течение 3 дней.

Селен высокой чистоты.

Стандартные растворы селена.

Раствор А: навеску селена массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании на водяной бане в 10 см^3 смеси азотной и соляной кислот (3:1), упаривают до влажных солей, добавляют 5 см^3 серной кислоты и нагревают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг селена.

Раствор Б: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг селена.

Раствор В: 5 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,0001 мг селена.

7.3. Проведение анализа

Анализируемую пробу помещают в агатовую ступку и измельчают, добавляя на конечной стадии 10 см^3 этилового спирта; затем пробу высушивают.

Навеску теллура массой 1,0000 г при массовой доле селена от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ % или 0,1000 г при массовой доле селена от $5 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ % помещают в стакан вместимостью 50 см^3 и приливают в соответствии со взятой навеской 3 или 1,5 см^3 соляной кислоты и 1 или 0,5 см^3 азотной кислоты. Стакан накрывают воронкой и нагревают до полного растворения пробы, а затем кипятят до удаления оксидов азота. Раствор охлаждают и прибавляют 2 см^3 раствора трилона Б, 20 см^3 воды и устанавливают pH раствора равным 2 по универсальной индикаторной бумаге, прибавляя по каплям аммиак (около 2 см^3). Раствор с белым аморфным осадком теллуристой кислоты доводят до кипения и выдерживают на горячей плите до перехода аморфного осадка в кристаллический (5—10 мин), а затем охлаждают.

Раствор отфильтровывают через фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 50 см^3, в которую предварительно наливают 2 см^3 соляной и 1 см^3 муравьиной кислот. Раствор перемешивают и через 30 мин прибавляют 2 см^3 раствора 2,3-диаминонафталина при массовой доле селена менее $1 \cdot 10^{-5}$ % или 4 см^3 раствора 2,3-диаминонафталина при массовой доле селена более $1 \cdot 10^{-5}$ %. Содержимое колбы доводят до метки водой и перемешивают. Через 1 ч раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, прибавляют 5 см^3 н-гексана и экстрагируют в течение 1 мин. После разделения слоев органическую фазу сливают в сухую пробирку с притертой пробкой.

Содержание селена находят методом добавок. Для этого параллельно проводят определение селена в двух навесках пробы с добавками стандартного раст-

(Продолжение см. с. 66)

вора селена Б или В. При этом массу селена в добавляемом растворе Б или В выбирают таким образом, чтобы будучи отнесена к массе навески она составляла от $1{,}2C_x$ до $0{,}8\ C_x$ селена в пробе. Вторая добавка должна быть вдвое больше первой. Добавки растворов Б и В вводят в мерную колбу вместимостью 50 см³ перед фильтрованием раствора с осадком.

Через все стадии анализа проводят два контрольных опыта на реактивы.

Спектр люминесценции комплекса регистрируют последовательно в области 500—580 нм, начиная с большей добавки. Максимум полосы — 519 нм. Длина волны возбуждения соответствует 373 нм. Чувствительность усилителя, входную и выходную щель регулируют в зависимости от величины сигнала.

7.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot (I_m - I_{кол})}{m \cdot (I_{m_1} - I_m) \cdot 10},$$

где m_1 — масса добавленного селена, мг;

I_m — высота пика для раствора пробы, мм;

$I_{кол}$ — высота пика для раствора контрольного опыта, мм;

I_{m_1} — высота пика для раствора пробы с добавкой, мм;

m — масса навески теллура, г.

7.4.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа с доверительной вероятностью $P=0{,}95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля селена, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,000005 до 0,000010 включ.	0,000003	0,000004
Св. 0,000010 » 0,000020 »	0,000005	0,000007
» 0,000020 » 0,000050 »	0,000008	0,000012
» 0,00005 » 0,00010 »	0,00002	0,00003
» 0,00010 » 0,00020 »	0,00003	0,00004
» 0,00020 » 0,00050 »	0,00006	0,00008

(ИУС № 5 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru