

## ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

## Методы определения селена

Technical tellurium. Methods for determination of selenium

ГОСТ  
9816.2-84Взамен  
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 ортофенилендиамина с селенионами в слабнокислой среде при pH 0—2,5. Комплекс экстрагируется бензолом. Максимум светопоглощения 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

41-95  
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/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

Ортофенилендиамин, индикатор, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Универсальная индикаторная бумага.

Селен по ГОСТ 5455—74.

Растворы селена.

Раствор А: навеску селена массой 0,05 г помещают в стакан вместимостью 100—200 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 5—7 капель азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения селена. Затем приливают 20 см<sup>3</sup> воды и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, прибавляют 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг селена.

Раствор Б: аликвотную часть раствора 5 см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляя 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 10—15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 2—3 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> (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 см<sup>3</sup> и помещают ее в стакан (колбу) вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>. Приливают воду до объема 30—35 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты, 1 см<sup>3</sup> муравьиной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты и 0,5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б и перемешивают. Устанавливают значение pH 1—1,5 по универсальной индикаторной бумаге, добавляя аммиак. Затем прибавляют 3 см<sup>3</sup> раствора ортофенилендиамина и оставляют на 15—20 мин.

Полученный раствор помещают в делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают соответственно 1, 2, 3, 4, 7 и 15 см<sup>3</sup> раствора Б и далее постушают 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 селенипентатоната и тетратионата 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 гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

Селен по ГОСТ 5455—74.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор в спирте 1 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Гидроксиламина гидрохлорид (солянокислый гидроксиламин) по ГОСТ 5456—79.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, раствор 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: навеску соли массой 12,5 г растворяют в 1000 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, прибавляют 10—12 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> горячей воды, добавляют 4—4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 15—20 мин раствор охлаждают в проточной воде и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроксида натрия до щелочной реакции. К раствору приливают 20—25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) и охлаждают. Затем полученный раствор титруют раствором тиосульфата натрия, добавляют его при перемешивании, постепенно, небольшими порциями до 21—23 см<sup>3</sup>. После этого к раствору приливают 2—3 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия, 2—3 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титрование (из микробюретки) выделяющегося йода раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия ( $T$ ), г/см<sup>3</sup> по селену, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где  $m$  — масса навески селена, г;

$V$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 3.3. Проведение анализа

Навеску теллура массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, закрывают покровным стеклом и слабо нагревают до растворения навески, затем стекло снимают, обмывают его над колбой и осторожно выпаривают раствор на теплом месте плиты до получения влажного остатка (лучше на водяной бане).

Затем приливают 20—25 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 60—80 см<sup>3</sup> воды, добавляют немного фильтровальной массы, 2—2,5 г гидроксиламина и перемешивают. Оставляют на 2—3 ч на теплом месте плиты до коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности, в конус которого вложено немного фильтровальной массы, промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты (1:9), а затем 6—8 раз горячей водой.

Осадок селена вместе с фильтром переносят в колбу, в которой проводили осаждение, прибавляют 15—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения осадка. К полученному раствору приливают 80—100 см<sup>3</sup> горячей воды, добавляют 4—4,5 г мочевины и далее продолжают, как указано в п. 3.2 при установлении массовой концентрации раствора тиосульфата натрия.

### 3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — массовая концентрация раствора тиосульфата натрия, г/см<sup>3</sup> селена;

$m$  — масса навески теллура, г.

3.4.2. Абсолютное допустимое расхождение результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должно превышать величин, приведенных в таблице.

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

Изменение № 1 ГОСТ 9816.2—84 Теллур технический. Методы определения селена

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.05.86 № 1229 срок введения установлен

с 01.11.86

Пункт 2.1 после слова «бензолом» дополнить словами: «или толуолом».

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр типа СФ-4А, или СФ-26, или другого типа»;  
дополнить абзацем (после первого):

*(Продолжение см. с. 54)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9816.2—84)*

«Толуол по ГОСТ 5789—78, перегнанный»;

после слов «раствор 10 г/дм<sup>3</sup>» дополнить словом: «свежеприготовленный»

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить значения: 0,5- 1 г на 0,5 г;

третий абзац. Заменить слова «Приливают воду до объема 30—35 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты, 1 см<sup>3</sup> муравьиной кислоты» на «К аликвотной части приливают 10 см<sup>3</sup> свежеприготовленного раствора лимонной кислоты, разбавляют водой до объема 30-35 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> муравьиной кислоты»;

четвертый абзац после слов «5 см<sup>3</sup> бензола» дополнить словами: «или толуола»;

*(Продолжение см. с. 55)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9816.2—81)*

заменить слова: «величину оптической плотности раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания при длине волны 335 нм и кювету с толщиной поглощающего

*(Продолжение см. с. 56)*



*(Продолжение изменения к ГОСТ 9816.2—84)*

слоя 10 мм» на оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 335 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служат бензол или толуол».

(ИУС № 8 1986 г.)

**Изменение № 2 ГОСТ 9816.2—84 Теллур технический. Методы определения селена**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3908**

**Дата введения 01.07.90**

Пункт 2.2. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5455—74».

Пункт 2.3.1. Третий абзац. Заменить значение: 0,5 см<sup>3</sup> на 0,5—1,0 см<sup>3</sup>;  
четвертый абзац. Заменить значение: 335 нм на 315 нм.

Пункты 2.4.2, 3.4.2 изложить в новой редакции: «Разность наибольшего и наименьшего результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должна превышать значения абсолютного допускаемого расхождения, приведенного в таблице».

Пункт 3.2. Исключить ссылки: «по ГОСТ 5455—74», «по ГОСТ 5850—72», «по СТ СЭВ 223—75».

(ИУС № 3 1990 г.)