

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

Издание официальное

БЗ 11—98

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ**Методы определения теллура**Copper concentrates.
Methods for determination of tellurium**ГОСТ
15934.17—80**

ОКСТУ 1709

Дата введения **01.07.81**

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает атомно-абсорбционный и полярографический методы определения массовой доли теллура от 0,0002 до 0,12 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27329.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0 и ГОСТ 26100.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (ОТ 0,0002 ДО 0,005 %)**2.1. Сущность метода**

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансной линии теллура при длине волны 214,3 нм при введении анализируемого раствора и растворов сравнения в пламя ацетилен-воздух (или пропан-бутан-воздух) после отделения теллура (IV) экстракцией метилизобутилкетон.

2.2. А п п а р а т у р а , р е а к т и в ы , р а с т в о р ы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Источник излучения на теллур.

Компрессор воздушный.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 0,5; 1,0; 4 и 6 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор 10 г/дм³.

Метилизобутилкетон (МИБК), раствор в соляной кислоте 4 моль/дм³; если требуется очистка МИБК, то ее осуществляют следующим образом: 10 объемных частей реагента встряхивают с 1 объемом раствора гидроокиси натрия в течение 1 мин. Органический слой сливают в другую делительную воронку и операцию встряхивания с раствором гидроокиси натрия повторяют. Затем промывают одной объемной частью воды два раза и сушат с серноокислым натрием. Фильтруют через неплотный фильтр в склянку из темного стекла.

Натрий серноокислый по ГОСТ 4166.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 1 моль/дм³.

Теллур металлический.

Стандартные растворы теллура.

С. 2 ГОСТ 15934.17—80

Раствор А: Навеску теллура массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты и 5—7 капель азотной кислоты, нагревают до растворения навески (лучше на водяной бане). Затем добавляют 100 см³ воды, нагревают раствор до кипения и кипятят в течение 5 мин (для удаления окисей азота). Охлаждают, приливают 20—30 см³ соляной кислоты, переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг теллура.

Раствор Б: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки соляной кислотой 1 моль/дм³.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг теллура.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску медного концентрата массой 3,00 г (при массовой доле теллура до 0,001 %) или 1,00 г (при массовой доле свыше 0,001 %) помещают в стакан (или коническую колбу) вместимостью 250 см³, приливают 15—20 см³ соляной кислоты, 5 см³ азотной кислоты и выпаривают до сухих солей при нагревании на водяной бане. Затем добавляют 20 см³ соляной кислоты 1 моль/дм³ и нагревают на водяной бане до растворения солей. Фильтруют нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, промывают его два раза по 2,5 см³ соляной кислоты 1 моль/дм³ и собирают фильтрат в стакан вместимостью 100 см³. Остаток отбрасывают.

К фильтрату приливают 1 см³ раствора двуххромовокислого калия и оставляют на 10 мин для восстановления теллура. Затем добавляют 60 см³ соляной кислоты 6 моль/дм³ (или 4 моль/дм³), переносят раствор в делительную воронку, приливают 10 см³ МИБК и экстрагируют в течение 1 мин.

Органический слой отделяют, приливают 5 см³ соляной кислоты 4 моль/дм³ и экстрагируют в течение 30 с.

Водную фазу и раствор после промывания соляной кислотой помещают в колбу вместимостью 100—250 см³, а органическую фазу отбрасывают.

Колбу помещают на водяную баню и выдерживают в течение 10 мин для восстановления теллура. Охлаждают, переносят в делительную воронку, добавляют 10 см³ раствора МИБК и экстрагируют в течение 1 мин. Органическую фазу отделяют в другую делительную воронку, а к водной приливают еще 10 см³ МИБК и экстракцию повторяют. Органическую фазу объединяют с первой и реэкстрагируют теллур дважды по 10 см³ воды в течение 1 мин. Водную фазу помещают в стакан вместимостью 50 см³ и упаривают на водяной бане до объема 1 см³. После охлаждения добавляют 2 см³ соляной кислоты 0,5 моль/дм³ и помещают раствор в мерный цилиндр вместимостью 5 или 10 см³, доводят до метки соляной кислотой 0,5 моль/дм³.

Измеряют поглощение аналитической линии теллура при длине волны 214,3 нм растворов анализируемой пробы, контрольного опыта и растворов для построения градуировочного графика в пламени ацетилен-воздух.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

Допускается использование пламени пропан-бутан-воздух.

Массу теллура определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в ряд стаканов вместимостью по 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 и 12 см³ стандартного раствора Б, что соответствует: 0; 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,04 и 0,06 мг/см³ теллура. Добавляют в стаканы по 25 см³ соляной кислоты 1 моль/дм³, 1 см³ раствора двуххромовокислого калия и выдерживают 10 мин для восстановления теллура. Далее продолжают, как описано в п. 2.3.1. По полученным данным строят график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — массовая концентрация теллура, найденная по градуировочному графику, мг/см³;

V — вместимость мерного цилиндра, см³;

m — масса навески концентрата, г.

2.4.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений сходимости (d_n) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 1.

| Массовая доля теллура, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|----------------------------|---------------------------------------|------------------|
| | параллельных определений (d_n) | анализов (D) |
| От 0,00020 до 0,00050 вкл. | 0,00006 | 0,00009 |
| Св. 0,00050 » 0,0015 » | 0,0001 | 0,0003 |
| » 0,0015 » 0,0050 » | 0,0003 | 0,0005 |

2.4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок не реже одного раза в полгода.

Результаты анализа проб считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на $0,5\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на восстановлении теллура до элементарного на ртутном капельном электроде на фоне 0,24 моль/дм³ раствора йодистого калия. Потенциал полуволны по отношению к донной ртути составляет минус 0,52 В. Предварительно теллур отделяют в виде элементарного хлоридом олова, используя селен в качестве коллектора.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. А п п а р а т у р а , р е а к т и в ы , р а с т в о р ы
Полярграф типа ППТ-1 или ПУ.

Баллон с инертным газом: азот, аргон, гелий.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 3:1, 1:20, 1:9.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Олово двуххлористое, раствор 250 г/дм³ в соляной кислоте.

Гидразин солянокислый.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор 2 моль/дм³.

Селен.

Раствор селена: 0,5 г селена помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты и 5—7 капель азотной кислоты. Помещают стакан на кипящую водяную баню и нагревают до растворения навески. К раствору приливают 30—60 см³ воды, охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 15 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг селена.

Теллур.

Стандартные растворы теллура.

Раствор А. Навеску теллура массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты и 5—10 капель азотной кислоты. Ставят стакан на водяную баню и нагревают до растворения навески. Приливают 30—50 см³ воды, охлаждают и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³; разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг теллура.

Раствор Б. Отбирают 10 см³ раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор пригоден к употреблению 5—6 сут.

1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг теллура.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. П р о в е д е н и е а н а л и з а

Навеску концентрата массой 0,2—1 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 20—25 см³ раствора азотной кислоты (1:1), закрывают стакан стеклом и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окисей азота. Затем стекло снимают, приливают 1 см³ раствора селена, нагревают и выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 10 см³ серной кислоты и упаривают до появления ее паров. Охлаждают, приливают 5—10 см³ воды и повторяют выпаривание до появления паров серной кислоты и полного удаления окисей азота.

С. 4 ГОСТ 15934.17—80

После охлаждения раствора приливают 10 см³ соляной кислоты, 30—50 см³ воды и кипятят до растворения сульфатов. Фильтруют через плотный фильтр и промывают фильтр с осадком 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты (1:9). Фильтр с осадком отбрасывают, а фильтрат нагревают до кипения, прибавляют немного фильтробумажной массы, 1 г солянокислого гидразина и кипятят 5—7 мин. Приливают 1—2 см³ раствора двухлористого олова и снова кипятят. Раствор оставляют на 0,5—1 ч в теплом месте плиты для коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на тампон из фильтробумажной массы и промывают 5—6 раз горячим раствором соляной кислоты (1:9), содержащим 0,5 г гидразина в 100 см³ раствора. Растворяют осадок на воронке в 8—12 см³ смеси кислот азотной и соляной (3:1), собирая фильтрат в колбу, в которой проводили осаждение.

Промывают тампон 4—6 раз горячей водой. Затем раствор выпаривают до 3—5 см³, приливают 0,1 или 0,2 см³ серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки колбы водой и снова выпаривают до паров кислоты. К остатку приливают 8 или 10 см³ воды, охлаждают. Добавляют 3 или 6 см³ раствора йодистого калия и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отливают в сухой стакан 20 см³ раствора, продувают инертным газом в течение 15—20 мин и полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,3 до минус 0,8 В по отношению к донной ртути.

Одновременно полярографируют растворы сравнения теллура, для чего в ряд мерных колб вместимостью 25 см³ помещают 1, 3, 5 см³ стандартного раствора Б теллура, в мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 0,5; 1,2 см³ стандартного раствора А теллура, приливают 0,1 или 0,2 см³ серной кислоты соответственно вместимости мерных колб и далее продолжают, как описано выше.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot H \cdot 100}{m \cdot H_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса теллура, содержащаяся в растворе сравнения, мг;

H — высота волны, полученной при полярографировании раствора пробы, мм;

H_1 — высота волны раствора сравнения, мм;

m — масса навески концентрата, г.

3.3, 3.3.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений сходимости (d_n) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля теллура, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|--------------------------|---------------------------------------|------------------|
| | параллельных определений (d_n) | анализов (D) |
| От 0,0010 до 0,0030 вкл. | 0,0006 | 0,0008 |
| Св. 0,003 » 0,010 » | 0,002 | 0,003 |
| » 0,010 » 0,030 » | 0,006 | 0,009 |
| » 0,03 » 0,10 » | 0,01 | 0,02 |

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по п. 2.4.3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.4. При разногласиях в оценке массовой доли теллура применяют полярографический метод.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Разд. 4. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**РАЗРАБОТЧИКИ**

Ю.Н. Семавин, Э.Н. Гадзалов, Э.Б. Маковская, В.Г. Соколова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.04.80 № 1981**3. ВЗАМЕН ГОСТ 15934.17—70****4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 2082.0—81 | 1.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.1, 3.1 |
| ГОСТ 4166—76 | 2.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 3.1 |
| ГОСТ 4220—75 | 2.1 |
| ГОСТ 4232—74 | 3.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 2.1 |
| ГОСТ 4461—76 | 2.1, 3.1 |
| ГОСТ 5457—75 | 2.1 |
| ГОСТ 20448—90 | 2.1 |
| ГОСТ 26100—84 | 1.2 |
| ГОСТ 27329—87 | 1.1 |

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 16.04.91 № 507**6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., апреле 1991 г. (ИУС 7—85, 7—91)**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.04.99. Подписано в печать 24.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.
Тираж 109 экз. С 2886. Зак. 449.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102