

**ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ****Метод атомно-абсорбционного анализа**

Technical tellurium. Method of atomic-absorptive analysis

**ГОСТ****9816.5—84**

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 июня 1984 г. № 2149 срок действия установлен

с 01.07.85до 01.07.90**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовой доли меди (от 0,003 до 0,5%), железа (от 0,003 до 0,2%), свинца (от 0,001 до 0,3%), селена (от 0,005 до 0,2%), серебра (от 0,0001 до 0,01%) в техническом теллуре.

Метод основан на измерении абсорбции света атомами определяемых элементов, образующимися при введении анализируемого раствора в воздушно-ацетиленовое пламя.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 9816.0—84.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа.

Лампы с полым катодом (для меди, железа, свинца, серебра) и лампа безэлектродная (для селена).

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Воздух, сжатый под давлением  $2 \cdot 10^2$ — $6 \cdot 10^2$  кПа (2—6 кгс/см<sup>2</sup>).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1,6 и 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Серебро по ГОСТ 6836—80.

**Издание официальное****Перепечатка воспрещена**

Растворы серебра.

Раствор А: навеску серебра массой 0,1 г растворяют в 20—25 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1 : 3) и выпаривают до влажных солей. Приливают 50—60 см<sup>3</sup> воды и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 6 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

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

Раствор Б: аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг серебра.

Растворы серебра следует хранить в темном месте.

Медь по ГОСТ 859—78 марки М00, М0ку.

Растворы меди.

Раствор А: навеску меди массой 1 г растворяют в 25—30 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот (3 : 1) при нагревании и упаривают раствор досуха. Остаток дважды обрабатывают по 7—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, выпаривая каждый раз раствор досуха. Сухой остаток растворяют в 100—120 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1 : 1), охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг меди.

Раствор Б: аликвотную часть 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг меди.

Железо по ГОСТ 9849—74.

Растворы железа.

Раствор А: навеску железа массой 1 г растворяют в 10—15 см<sup>3</sup> при нагревании и упаривают раствор до сухих солей. Приливают 100—120 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1 : 1), кипятят 5—7 мин, охлаждают и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг железа.

Свинец по ГОСТ 3778—77 марки С00, С0.

Растворы свинца.

Раствор А: навеску свинца массой 1 г растворяют в 10—15 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 3) при нагревании и упаривают до влажного состояния. Затем приливают 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг свинца.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг свинца.

Селен высокой чистоты по ГОСТ 6738—71.

Растворы селена.

Раствор А: навеску селена массой 0,1 г растворяют в 10—15 см<sup>3</sup> азотной кислоты при нагревании и выпаривают раствор до суха. Приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, охлаждают и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

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

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску теллура массой 1—2 г (в зависимости от массовой доли элемента и чувствительности прибора) помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 40—50 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот (3 : 1) и растворяют при нагревании до получения объема 3—5 см<sup>3</sup>. Приливают 5—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 10—20 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей.

После охлаждения раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50—250 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Полученный раствор, в случае необходимости, разбавляют водой, отбирая соответствующую аликвотную часть от исходного раствора, и помещают ее в мерную колбу.

Фотометрирование каждого элемента проводят по два раза, промывая предварительно водой капилляр и распылительную систему после каждого фотометрирования в течение 5—10 с.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором и регистрируют поглощение при длинах волн меди 324,7 нм, железа 248,3 нм, свинца 283,3 нм, селена 194,1 нм, серебра 328,1 нм.

Массу элементов определяют по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в ряд мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,25; 0,5; 1; 2; 4; 5; 6 см<sup>3</sup> растворов Б меди, железа, свинца, селена, серебра, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают. Измеряют оптические плотности полученных растворов в начале,

середине и конце фотометрирования проб и по усредненным значениям плотностей и соответствующим им концентрациям строят градуировочный график.

Диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, поэтому предлагаемые концентрации элементов для построения градуировочных графиков (п. 3.2) следует считать рекомендуемыми.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю элемента ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где  $m_1$  — масса элемента, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — общий объем раствора в мерной колбе, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески теллура, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Медь	От 0,003 до 0,01 включ.	0,006
	Свыше 0,01 до 0,03 включ.	0,01
	» 0,03 » 0,06 »	0,02
	» 0,06 » 0,15 »	0,03
	» 0,15 » 0,3 »	0,05
	» 0,3 » 0,6 »	0,08
Серебро	От 0,0001 до 0,0003 включ.	0,0001
	Свыше 0,0003 до 0,001 »	0,0003
	» 0,001 » 0,003 »	0,0007
	» 0,003 » 0,01 »	0,003
	» 0,01 »	0,01
Железо	От 0,003 до 0,01 включ.	0,006
	Свыше 0,01 до 0,03 »	0,01
	» 0,03 » 0,06 »	0,02
	» 0,06 » 0,15 »	0,03
	» 0,15 » 0,3 »	0,05

## Продолжение

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Селен	От 0,005 до 0,01 включ.	0,004
	Свыше 0,01 до 0,03 »	0,008
	» 0,03 » 0,1 »	0,01
	» 0,1 » 0,3 »	0,05
Свинец	От 0,001 до 0,003 включ.	0,0007
	Свыше 0,003 до 0,01 »	0,003
	» 0,01 » 0,03 »	0,006
	» 0,09 » 0,1 »	0,03
	» 0,1 » 0,3 »	0,05

Изменение № 1 ГОСТ 9816.5—84 Теллур технический. Метод атомно-абсорбционного анализа

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

Раздел 2. Пятый абзац дополнить значением: 2:1;

шестой абзац дополнить значением: 4 моль/дм<sup>3</sup>;

заменить ссылку: ГОСТ 9849—74 на ГОСТ 9849—86.

Пункт 3.1. Первый абзац после слов «колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>» дополнить словами: «или стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>. В колбу»; дополнить словами: «Стакан закрывают покровным стеклом, приливают 7—10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (2:1) и слабо нагревают при температуре 30—40 °С до растворения навески. Затем раствор нагревают на водяной бане до удаления окислов азота. Стекло со стакана снимают, обмывают его водой над стаканом и к полученному раствору приливают 5—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты для растворения солей»;

второй абзац. Заменить значения: 50—250 см<sup>3</sup> на 25—250 см<sup>3</sup>; после слов «раствором соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup>» дополнить словами: «(при разложении в колбе) и 4 моль/дм<sup>3</sup> (при разложении в стакане)».

Пункт 3.2. Первый абзац после слов «соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup>» дополнить словами: «или 4 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Разность наибольшего и наименьшего результата двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице».

(ИУС № 3 1990 г.)