

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ С.С.С.Р.
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (ВИМС)



Научный совет по аналитическим
методам

Химико-спектральные методы
Инструкция № 198-ХС

ТЕЛЛУР

Москва
1982

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: Равномерное расположение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электротехническим 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 Мингэо СССР № 496 от 29.Х.76 г.
инструкция № 198-ХС рассмотрена и рекомендована Научным
советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб –
II категория.

(Протокол № 39 от 15.IV.82 г.)

Председатель ИСАМ

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.Х.76г. научным советом по аналитическим методам (протокол № 39 от 15.IV.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 солянокислому раствору и измерении атсмной абсорбции теллура.

Перед первой экстракцией Te^{IV} окисль. Бихроматом калия до неэкстрагируемого метилизобутилкетоном Te^{VI} 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 VI до Te IV. 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-ацетиленовом 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 $2 \cdot 10^{-4}\%$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$.

^{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. I даны допустимые расхождения² между повторными определениями теллура ($\Delta_{\text{доп}}$), расхождения, полученные авторами инструкции ($\Delta_{\text{эксп}}$), и запас точности ($z = \frac{\Delta_{\text{доп}}}{\Delta_{\text{эксп}}}$).

Таблица I
Допустимые расхождения² ($\Delta_{\text{доп}}$), фактические
расхождения ($\Delta_{\text{эксп}}$) и запас точности (z)

Содержание Тe, %	$\Delta_{\text{доп}}$	$\Delta_{\text{эксп}}$	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 M, 5 M и 1 M 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 дели-тельную воронку помещают метилизобутилкетон и 5 М раствор соляной кислоты в отношении 1:2, встряхивают 1-2 мин и ос-тавляют до разделения фаз. Соляную кислоту отбрасывают, а метилизобутилкетон используют для экстракции.

6. Смесь азотной $\text{d} 1,40$ и соляной $\text{d} 1,19$ кислот в от-ношении 1:3 (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 $\text{d} 1,19$. Раствор переносят в мерную колбу на 500 мл, доливают водой до метки и тщательно перемешивают. В 1 мл раствора А содержится 100 мкг теллура.

Раствор Б. В мерную колбу на 100 мл помещают 10 мл раствора А, доливают до метки 1 М раствором соляной кислоты и переме-шивают. В 1 мл раствора Б содержится 10 мкг теллура.

Аппаратура и принадлежности

1. Атомно-абсорбционный спектрофотометр Перкин-Элмер, модель 403 или другой прибор, близкий по аналитическим па-раметрам.

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

3. Ацетилен в баллонах.

4. Редуктор к баллонам.

5. Фильтр для очистки ацетиlena.

Ход анализа

I. Разложение пробы

Навеска составляет 0,1 г для предполагаемых содержаний теллура $\text{n.}10^{-2}$ - $\text{n.}10^{-3}\%$ и 1-2 г для содержаний $\text{n.}10^{-4}$ - $\text{n.}10^{-5}\%$.

Сульфидные руды разделяют царской водкой (10-20 мл) при нагревании на плитке. Раствор упаривают до влажных солей, остаток растворяют при нагревании в 10 мл 1 М раствора HCl, раствор фильтруют в стакан через фильтр с белой лентой, не-

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

Слиточные 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 и снова выпаривают до влажных солей. Остаток растворяют при нагревании в 10 мл I M 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 M, добавляя равный объем (15 мл) 9 M раствора HCl. Раствор переносят в делительную воронку, добавляют 10 мл метилизобутилкетона, насыщенного 5 M 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 ацетилен для органических растворителей - 2,4 л/мин (возможный минимальный предел); скорость потока воздуха 12,4 л/мин. Режим работы прибора устанавливают по метилизобутилкетону, насыщенному 5 M 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 % раствором HCl, экстрагируют теллур и измеряют атомную абсорбцию как описано выше. Струят 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 ($C_{\text{пр}}$) рассчитывают по формуле:

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

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 ($K = 1,03$);

H – навеска пробы, г.

Техника безопасности

При работе с высоким напряжением и горючим газом необходимо строго соблюдать меры безопасности, предусмотренные инструкцией¹. 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.

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

И. 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 }	№ 103-Х
№ 92-Х	№ 113-Х
№ 90-Х	№ 115-Х
№ 9-ЯФ	№ 116-ЯФ
№ 13-Х	№ 119-Х
№ 107-С	№ 141-С
№ 6-С	№ 150-С
№ 95-ЯФ	№ 158-ЯФ
№ 69-Х	№ 163-Х
№ 78-Х	№ 174-Х
№ 102-С	№ 177-С

ВВЕДЕНО
Научным советом по
аналитическим методам
1. XII. 1974 г.

"УТВЕРЖДА"
Начальник управления научно-исследовательских организаций
Мингес СССР, член коллегии
25 декабря 1974 г. Н.П. ИВЕРОВ

КЛАССИФИКАЦИЯ
ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Категория	Назначение 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, величина которого инструментальной внутримаркеторской контроль ¹⁾ (см. Приложение)	0,33
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 1,50\%$ Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 0,80\%$	I
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения гравии (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,33
IV	Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 0,80\%$ Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 0,80\%$	I
V	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определения не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
VI	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2
VII	Полуколичественный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
VIII	Характеристический анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
		Воспроизводимость определения 4-10 цифр (интервалов) из одних порядков содержания с доверительной вероятностью 68%	
		Точность определения не нормируется	

1) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", Н., БИМС, 1975г.