

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
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: Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений производится только фотографическим или электрографическим 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 Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. инструкция № 198-ХС рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 39 от 15.IV.82 г.)

Председатель НСАМ

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.X.76г. научным советом по аналитическим методам (протокол № 39 от 15.IV.82г.) и утверждена ВНИИМСом с введением в действие . с 1 декабря 1982 г.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕЛЛУРА В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ^{х)}

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 метилизобутилкетонем из 5 М по соляной кислоте раствора и измерении атомной абсорбции теллура.

Перед первой экстракцией TeIV окисл. хроматом калия до неэкстрагируемого метилизобутилкетонем 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-ацетиленовое 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 $5 \cdot 10^{-2}\%$.

^{х)} Внесена лабораторией физико-химических методов анализа ИИГРЭ.

Состав анализируемого сырья не влияет на экстракцию теллура, а следовательно, и на правильность результатов анализа. Выход теллура после экстракции метилизобутилкетонем 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 метилизобутилкетонем в одинаковых условиях.

В табл. I даны допустимые расхождения² между повторными определениями теллура ($\bar{D}_{\text{доп}}$), расхождения, полученные авторами инструкции ($\bar{D}_{\text{эксп}}$), и запас точности ($Z = \frac{\bar{D}_{\text{доп}}}{\bar{D}_{\text{эксп}}}$).

Таблица I

Допустимые расхождения² ($\bar{D}_{\text{доп}}$), фактические расхождения ($\bar{D}_{\text{эксп}}$) и запас точности (Z)

| Содержание Те, % | $\bar{D}_{\text{доп}}$ | $\bar{D}_{\text{эксп}}$ | 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 М, 5 М и 1 М растворы.
3. Фтористоводородная кислота ч., 40%-ный раствор.
4. Калий двуххромовокислый х.ч., 1%-ный раствор.

X) d – относительная плотность.

5. Метилизобутилкетон ч., насыщенный 5 М HCl. В делительную воронку помещают метилизобутилкетон и 5 М раствор соляной кислоты в отношении 1:2, встряхивают 1-2 мин и отстаивают до разделения фаз. Соляную кислоту отбрасывают, а метилизобутилкетон используют для экстракции.

6. Смесь азотной и 1,40 и соляной и 1,19 кислот в отношении 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 и 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 перемешивают. 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 параметрам.

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

3. Ацетилен в баллонах.

4. Редуктор к баллонам.

5. Фильтр для очистки ацетилена.

Ход анализа

1. Разложение пробы

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

Сульфидные руды разлагают 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).

Силикатные 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 (сmyвая остаток водой), добавляют 3 мл HCl d 1,19 и снова выпаривают до влажных солей. Остаток растворяют при нагревании в 10 мл 1M раствора HCl и продолжают как при анализе сульфидных руд.

2. Экстракционное концентрирование

К фильтрату в стакане добавляют 0,5 мл 1%-ного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 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 метилизобутилкетон (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 ацетилена для органических растворителей – 2,4 л/мин (возможный минимальный предел); скорость потока воздуха 12,4 л/мин. Режим работы прибора устанавливают по метилизобутилкетону, насыщенному 5M 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 М раствором HCl, экстрагируют теллур и измеряют атомную абсорбцию как описано выше. Строят 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 ($C_{пр}$) рассчитывают по формуле:

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

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 ($K = 1,08$);

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., ВИС, 1975.

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

4. Назаренко И.И., Кислова И.В., Рабинович Б.С. Экстракционное концентрирование теллура метилизобутилкетонем в анализе руд и минералов. Ж. аналит. химии, 30, 1889 (1975).

| Изъятие 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-А | № 163-Х |
| № 78-Х | № 174-Х |
| № 102-С | № 177-С |

Инструкция № 108-ХС

Заказ № 130, Б-80518. Подписано к печати 11/Х1-82г.

Объем 0,5 уч.-изд.л. Тираж 700

Фотопринт ОЭН ВИС

REFERENCE

Научным советом по
аналитическим методам

I. XI. 1974 T.

TRIPHAN

Начальник управления научно-исследовательских организаций Мингео СССР, член коллегии

25 декабря 1974 г. Н.П. ЛАВЕРОВ

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

| Категория | Наименование 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, регламентированного инструкцией внутрилабораторного контроля ¹⁾ (см. Приложение) | 0,33 |
| II | Полный анализ | <p>Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений</p> <p>Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 1,50\%$</p> <p>Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 1,50\%$</p> <p>Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения</p> <p>Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения</p> <p>Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 0,80\%$</p> <p>Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 0,80\%$</p> | I 0,33 I |
| III | Анализ рядовых проб | Среднеквадратичное отклонение результатов определения не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений | I |
| IV | Анализ технологических продуктов | Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком) | I-2 |
| V | Особо точный анализ геохимических проб | Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений | 0,5 |
| VI | Анализ рядовых геохимических проб | Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения | 2 |
| VII | Полуконтрольный анализ | | Воспроизводимость определения 4-10 цифр (интервалов) на один порядок содержания с доверительной вероятностью 68% |
| VIII | Качественный анализ | | Точность определения не нормируется |

2) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", М., ВНИИО, 1975г.