

**Изменение № 2 ГОСТ 15934.16—80 Концентраты медные. Метод определения селена**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 22.03.90 № 485**

**Дата введения 01.10.90**

Наименование стандарта изложить в новой редакции «**Концентраты медные. Методы определения селена (теллура)**»

Copper concentrates Method for the determination of selenium (tellurium)»

Заменить код ОКСТУ 1733 на 1709

Вводную часть изложить в новой редакции «Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и фотометрический методы определения селена (и теллура) при массовой доле от 0,001 до 0,1 % в медных концентратах всех марок

Спектрофотометрический метод основан на измерении оптической плотности комплексного соединения селена с орто-фенилендиамином при длине волны 335 нм

Фотометрический метод основан на измерении оптической плотности золя элементного селена (теллура) в присутствии защитного коллоида при длине волны 400 нм. Предварительно из анализируемого раствора сначала выделяют селен серноокислым гидразином, а затем теллур двуххлористым оловом.

Пункт 11 Заменить ссылку СТ СЭВ 314—76 на ГОСТ 27329—87

Раздел 2 Девятый абзац после слова «О-фенилендиамин» дополнить словом «солянокислыи»,

*(Продолжение см с 38)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 15934 16—80)

десятый абзац Исключить слова: «по ГОСТ 5455—74»

Пункт 4.2 и таблицу 2 изложить в новой редакции: «4.2. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ( $d_n$ ) и воспроизводимости ( $D$ ), приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля селена (или теллура), %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений $d_n$	анализов $D$
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0020 » 0,0080 »	0,0008	0,0010
» 0,008 » 0,016 »	0,001	0,002
» 0,016 » 0,030 »	0,002	0,003
» 0,030 » 0,060 »	0,004	0,006
» 0,060 » 0,100 »	0,006	0,008

Пункт 4.3. Исключить слова: «методом добавок»;  
заменить ссылку: ГОСТ 25086—81 на ГОСТ 27329—87.

(Продолжение см. с. 39)

Стандарт дополнить разделом — 5 «5. Фотометрический метод определения селена (теллура)

51 Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 9.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 1

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841—74, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>

Олово двухлористое 2 водное, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте (1 9)

Медь серноокислая 5 водная по ГОСТ 4165—78, раствор по меди 20 г/дм<sup>3</sup>.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный раствор 10 г/дм<sup>3</sup>

Селен по нормативно технической документации

Стандартные растворы селена по разд 2

Теллур по нормативно технической документации

Стандартный раствор теллура, содержащий 0,1 мг теллура в 1 см<sup>3</sup> раствора, готовят по ГОСТ 4212—76

Бумага индикаторная универсальная

52 Проведение анализа

5 2 1 Навеску медного концентрата массой 1,00 г помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20—25 см<sup>3</sup> азотной кислоты небольшими порциями во избежание бурной реакции выделения оксида азота После прекращения реакции добавляют 20—25 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 1) и нагревают до выделения паров серной кислоты Если замечены корольки серы, то обработку азотной кислотой повторяют Затем раствор охлаждают, добавляют 30—50 см<sup>3</sup> воды и кипятят в течение 5—7 мин После охлаждения фильтруют нерастворимый остаток на фильтр средней плотности и промывают 4—5 раз водой Фильтр с осадком отбрасывают

К фильтрату приливают аммиак до получения значения pH 8—9, контролируя по универсальной индикаторной бумаге Через 5—10 мин фильтруют раствор через неплотный фильтр и промывают его 4—5 раз горячей в дой. Промытый осадок смывают струей воды в стакан (или колбу), в котором проводили осаждение, и растворяют в 5—10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 1) После этого приливают 50—70 см<sup>3</sup> воды, нагревают раствор и вновь осаждают гидроксид железа аммиаком Через 5—10 мин фильтруют осадок на тот же ф л т р и промывают 4—5 раз горячей водой

Осадок на фильтре растворяют в 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 1), собирая фильтрат в стакан (или колбу), где проводили осаждение, и промывают фильтр 2—3 раза горячей водой Объем фильтрата вместе с промывными в д ами не должен превышать 120—130 см<sup>3</sup>

5 2 2 Полученный по п 5 2 1 раствор охлаждают, добавляют в него немного фильтробумажной массы и приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серноокислого гидразина, перемешивают и оставляют на ночь Затем осадок селена фильтруют на ф л т р средней плотности, в конус которого вложена фильтробумажная масса, и промывают 5—6 раз теплой водой Фильтрат сохраняют для определения теллура.

Осадок на фильтре растворяют в 5—7 см<sup>3</sup> горячей смеси кислот азотной и соляной (в соотношении 1 10), приливая ее небольшими порциями Фильтр промывают 2—3 раза горячей водой Объем раствора не должен превышать 20 см<sup>3</sup>. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Если содержание селена (или теллура) более 0,01 %, то ф л т рат помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и для дальнейшего анализа отбирают аликвотную часть 5—10 см<sup>3</sup>, помещая ее в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> и добавляя в колбу 5—6 см<sup>3</sup> соляной кислоты

В мерную колбу приливают 2—3 капли раствора серноокислой меди, 2 см<sup>3</sup> раствора желатина и постепенно по каплям 2 см<sup>3</sup> раствора двухлористого олова при перемешивании, доводят до метки водой Через 15—20 мин измеряют оптическую плотность при длине волны 400 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта

(Продолжение см. с 40)

Массу селена устанавливают по градуировочному графику.

5.2.3 В фильтрат, полученный по п. 5.2.2, добавляют немного фильтровальной массы и приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Нагревают раствор до кипения и добавляют постепенно при постоянном перемешивании раствор двухлористого олова до полного восстановления железа и затем еще 5 см<sup>3</sup> для осаждения теллура. Раствор кипятят 2—3 мин и оставляют на 1—2 ч для коагуляции осадка. Осадок фильтруют на тампон из фильтровальной массы и промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (1.9), затем 2—3 раза горячей водой. Далее растворение осадка и определение теллура проводят, как описано в п. 5.2.2.

5.2.4 Для построения градуировочных графиков в шесть из семи мерных колб вместимостью по 25 см<sup>3</sup> помещают 1, 2, 3, 4, 5 и 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора, содержавшего в 1 см<sup>3</sup> 0,01 мг селена (или теллура). В колбы приливают по 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1.1), 2—3 капли раствора сернокислой меди, 2 см<sup>3</sup> раствора желатина и постепенно при постоянном перемешивании 2 см<sup>3</sup> раствора двухлористого олова, доводят до метки водой. Через 15—20 мин измеряют оптическую плотность и по полученным данным строят график в прямоугольных координатах.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю селена (или теллура) ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000} ,$$

где  $m_1$  — масса селена (или теллура), найденная по градуировочному графику, мг,

$V$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>,

$m$  — масса навески медного концентрата, г,

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

5.3.2 Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами анализов приведены в табл. 2.

5.3.3 При разногласиях в оценке массовой доли селена применяют спектрофотометрический метод с орто-фенилендиамином.

(ИУС № 6 1990 г.)