М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения теллура

Tinless bronze.
Methods for determination of tellurium

ГОСТ
15027.19—86

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.87

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и потенциометрический методы определения теллура (при массовой доле теллура от 0,2 % до 1,0 %) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5009—85.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 при двух параллельных определениях.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и изменении атомной абсорбции теллура в пламени ацетилен — воздух при длине волны 214,3 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Источник излучения для теллура.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 1 моль/дм^3 раствор.

Медь марки МО по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 5 г меди растворяют в 50 см^3 раствора азотной кислоты (1:1), кипятят для удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,05 г меди.

Теллур по ГОСТ 17614.

Стандартный раствор теллура: 0,5 г теллура растворяют на водяной бане в 10 см^3 раствора азотной кислоты (2:1) и выпаривают до влажного остатка. Остаток растворяют в 1 моль/дм^3 соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г теллура.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 раствора азотной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. Раствор кипятят для удаления оксидов азота, охлаждают, разбавляют водой до 30 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию теллура в пламе-

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

ни ацетилен—воздух при длине волны 214,3 нм параллельно в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика. Концентрацию теллура находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 10 см³ раствора меди; в пять из них добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора теллура, что соответствует 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мг теллура. Все колбы доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию теллура непосредственно до и после измерения абсорбции раствора пробы. По полученным значениям строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Содержание теллура (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где c_1 — концентрация теллура в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — концентрация теллура в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), указанных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2а. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля теллура, %	d, %	D, %
От 0,2 до 0,5 включ.	0,03	0,04
Св. 0,5 » 1,0 »	0,05	0,07

2.4.2б. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных потенциометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.2а, 2.4.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.4.3. При разногласиях в оценке качества бронз определение теллура проводят атомно-абсорбционным методом.

3. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, окислении теллура (IV) титрованным раствором двухромовокислого калия до теллура (VI) и титровании его избытка раствором соли Мора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для потенциометрического титрования с насыщенным каломельным электродом и индикаторным платиновым электродом.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Мочевина по ГОСТ 6691.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

0,017 моль/дм³ раствор: 2,4517 г двухромовокислого калия, предварительно высушенного при 150 °С до постоянной массы, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора соответствует 0,00319 г теллура.

Допускается применение приготовления раствора из фиксанола.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, 0,05 моль/дм³ раствор: 19,6 г соли Мора растворяют в 800 см³ воды, содержащей 60 см³ раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Коэффициент пересчета для раствора соли Мора устанавливают следующим образом: 20 см³ раствора двухромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 40 см³ раствора серной кислоты, разбавляют водой до объема 200 см³ и титруют потенциометрически раствором соли Мора до скачка потенциала.

Коэффициент пересчета для раствора соли Мора (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_2}{V_3},$$

где V_2 — объем раствора двухромовокислого калия, взятый на титрование, см³;

V_3 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³.

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 40 см³ раствора азотной кислоты и растворяют сначала на холоде, а затем при нагревании. После растворения раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, добавляют 1 г мочевины, разбавляют водой до объема 200 см³ и перемешивают. Затем добавляют 40 см³ раствора серной кислоты, охлаждают и, перемешивая, добавляют 20 см³ раствора двухромовокислого калия. Раствор оставляют на 15 мин. Избыток раствора двухромовокислого калия титруют потенциометрически раствором соли Мора до скачка потенциала.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot 0{,}00319 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора двухромовокислого калия, взятый на окисление теллура, см³;

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование избытка раствора двухромовокислого калия, см³;

K — коэффициент пересчета для раствора соли Мора;

0,00319 — масса теллура, соответствующая 1 см³ раствора двухромовокислого калия;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), указанных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.04.86 № 985

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 859—2001	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4208—72	3.2
ГОСТ 4220—75	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	2.2; 3.2
ГОСТ 6691—77	3.2
ГОСТ 17614—80	2.2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	1.1; 2.4.2б; 3.4.4

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 23.10.91 № 1642

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1991 г. (ИУС 1—92)

gost.e-ecolog.ru