УДК 661.692 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения серы

ГОСТ 9816.3—84

Technical tellurium. Methods for determination of sulphur

Взамен ГОСТ 9816.3—74

ОКСТУ 1709

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

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фототурбидиметрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,001 до 0,1%) и гравиметрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,1 до 0,6%) в техническом теллуре.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании суспензии сернокислого бария при взаимодействии ионов бария с сульфат-ионами и измерении интенсивности помутнения раствора. В качестве стабилизатора суспензии используется глицерин.

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78 с диапазоном измерений от 300 до 360 нм, погрешностью ± 10 нм.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор 100 г/дм³.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, перекристаллизованный.

Растворы сернокислого калия.

927-95
18

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

Раствор А: навеску соли массой 0,0544 г растворяют в 50—60 см³ воды, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг серы.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг серы. Раствор Б устойчив в течение 2 сут.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 -77.

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

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, раствор 100 г/дм³.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску теллура массой 0,1—4 г (в зависимости от массовой доли серы) помещают в стакан (колбу) вместимостью 100—200 см³, приливают 1—2 см³ раствора углекислого натрия и 20—25 см³ азотной кислоты Стакан накрывают покровным стеклом и оставляют без нагревания до прекращения бурной реакции в течение 5—10 мин. Затем кипятят до удаления окислов азота, снимают стекло, обмывают его водой над стаканом (колбой) и раствор осторожно выпаривают досуха.

К сухому остатку прибавляют 1—2 см³ соляной кислоты, 10—15 см³ воды и нагревают раствор до кипения. Выдерживают полученный раствор в течение 1—1,5 ч.

Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, и промывают 5—6 раз водой. Фильтрат помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Фильтр с осадком отбрасывают.

Аликвотную часть раствора 1—10 см³ (или весь раствор в зависимости от массовой доли серы) помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, прибавляют 0,5 -1 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), 10 см³ глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см³ раствора хлористого бария, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 30—40 мин снова раствор перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 326 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 50 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу серы определяют по градуировочному графику.

2.2.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 25 см³ помещают 0,5; 1; 2; 3; 4 и 6 см³ раствора Б. Добавляют в каждую колбу по 0,5 -1 см³

раствора соляной кислоты (1 : 1), воды до 10 см³, 10 см³ глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см³ раствора хлористого бария, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 30—40 мин измеряют оптическую плотность раствора.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю серы *(X)* в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса серы, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем раствора в мерной колбе, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески теллура, г.

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

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003 включ.	0,0007
Св. 0,003 » 0,006 »	0,001
» 0,006 » 0,015 »	0,002
» 0,015 » 0,03 »	0,005
» 0,03 » 0,06 »	0,01
» 0,06 » 0,15 »	0,02
» 0,15 » 0,3 »	0,05
» 0,3 » 0,6 »	0,08

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на выделении серы в виде сульфат-ионов раствором азотнокислого бария и взвешивании полученного осадка. Предварительно серу следует отделить от мешающих элементов экстракцией смесью трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом.

3.1. Реактивы, растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77 и раствор 0,1 моль/дм³, приготовленный из фиксанала соли или следующим образом: предварительно высушенную при 120° С до постоянной массы навеску соли 5,8440 г растворяют в 100—150 см³ воды, раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до

метки и перемешивают. Хранят раствор в склянке с притертой пробкой.

Барий азотнокислый по ГОСТ 3777 -76, насыщенный раствор: навеску массой 34,2 г растворяют при кипении в 100 см³ воды и охлаждают.

Четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288—74.

Трибутилфосфат.

Смесь трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом в соотношении 3 : 7.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64, раствор 0,01 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277--75, раствор 0,1 г/дм³.

3.2. Проведение анализа

Навеску теллура массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100—200 см³, приливают 2—3 см³ азотной кислоты и 5—6 см³ соляной кислоты, добавляют 0,2 г хлористого натрия и нагревают на водяной бане до получения небольшого объема. Затем приливают 5—6 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха.

К сухому остатку добавляют 10 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей, полученный раствор охлаждают и помещают в делительную воронку вместимостью 50 см³, добавляют 25 см³ смеси трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом и экстрагируют в течение (60±5) с.

После расслоения жидкостей органическую фазу отбрасывают, а к солянокислому раствору приливают 25 см³ смеси трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом и повторяют экстракцию.

Солянокислотный раствор переливают в коническую колбу (стакан) вместимостью 250—300 см³ и выпаривают досуха. Затем приливают 2· 3 см³ азотной кислоты, 100—120 см³ воды, 5 –7 см³ раствора хлористого натрия. Для полной коагуляции осадка раствор оставляют на ночь.

Осадок хлористого серебра отфильтровывают через фильтр средней плотности и промывают 3·· 4 раза горячей водой. Фильтр с осадком отбрасывают.

Фильтрат нейтрализуют аммиаком в присутствии метилового оранжевого, прибавляют 3—5 см³ азотной кислоты, 8 10 см³ насыщенного раствора азотнокислого бария и оставляют для коагуляции осадка до следующего дня.

Осадок отфильтровывают через двойной плотный фильтр, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, и промывают 10—12 раз горячей водой (до отрицательной реакции на хлор-ион с раствором азотнокислого серебра).

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 900—950° С в течение 1—1,5 ч.

Тигель с осадком помещают в эксикатор и после охлаждения взвешивают. Прокаливание и взвешивание тигля с осадком повторяют до получения постоянной массы.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 0{,}1373 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка сульфата бария, г;

0,1373 — фактор пересчета массы сульфата бария на серу;

m — масса навески теллура, г.

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

3.3.3. При разногласиях в оценке качества теллура применяют фототурбидиметрический метод.

Изменение № 1 ГОСТ 9816.3—84 Теллур технический. Методы определения серы

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.05.86 № 1229 срок введения установлен

с 01.11.86

Пункт 2.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М, или КФК-2, или спектроколориметр типа «Спекол»;

третий абзац дополнить словами: «раствор 100 г/дм³»;

четвертый абзац после слова «перекристаллизованный» дополнить словами: «к 100 г сернокислого калия приливают 1000 см³ воды и растворяют навеску при нагревании. Нерастворившийся остаток фильтруют из горячего раствора на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), затем его отбрасывают. Фильтрат выпаривают до появления кристаллов и охлаждают. Образовавшиеся кристаллы фильтруют на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), затем переносят в фарфоровую чашку и сушат при температуре 70—100 °С в течение 1—1,5 ч. Чашку с кристаллами охлаждают и повторяют перекристаллизацию. Полученные кристаллы соли после второй перекристаллизации сушат при комнатной температуре».

Пункт 2.2.1 изложить в новой редакции: «2.2.1. Навеску теллура массой 0,1—0,5 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 100—200 см³, приливают 1—2 см³ раствора углекислого натрия и 10—15 см³ азотной кислоты. Стакан

(Продолжение см. с. 53)

(колбу) накрывают покровным стеклом и оставляют без нагревания до влажного остатка. Снимают стекло, обмывают его водой над стаканом (колбой) и выпаривают раствор досуха.

К сухому остатку приливают 4—4,5 см³ соляной кислоты, 5—7 см³ воды и нагревают до растворения солей. Затем выдерживают раствор в теплом месте плиты в течение 1—1,5 ч.

После охлаждения раствор помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, добавляют 1 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), 10 см³ раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см³ раствора хлористого бария, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 30—40 мин снова раствор перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 364 нм и кювету с толщиной слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода.

Массу серы определяют по градуировочному графику».

Пункт 2.2.2. Заменить слова и значение: «0,5; 1; 2; 3; 4 и 6 см³ раствора Б» на «0,5; 2; 4; 6 и 8 см³ стандартного раствора Б, 1 см³ стандартного раствора А»; 0,5—1 см³ на 3,5—4 см³; «воды до 10 см³» на «воды до объема 10 см³»;

после слов «плотность раствора» дополнить словами: «относительно воды».

(ИУС № 8 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9816.3—84 Теллур технический. Методы определения серы

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

Пункты 2.3.2, 3.3.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Разность наибольшего и наименьшего результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице».

Пункт 3.1. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10816—64».

(ИУС № 3 1990 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 9816.3—84 Теллур технический. Методы определения серы

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 67-П от 30.05.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9246

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, RU, TJ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации[1]

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б:

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3777—76 Реактивы. Барий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4108—77 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9816.0—84 Теллур технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ ИСО 5725-6—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1б. Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли серы соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

---

[1] Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

Таблица 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли серы	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0007	0,0007	0,0009
Св. 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001	0,002
» 0,006 » 0,015 »	0,003	0,002	0,004
» 0,015 » 0,030 »	0,005	0,005	0,007
» 0,030 » 0,060 »	0,010	0,010	0,014
» 0,06 » 0,15 »	0,020	0,02	0,03
» 0,15 » 0,30 »	0,05	0,05	0,07
» 0,30 » 0,60 »	0,08	0,08	0,11

Подраздел 2.1 изложить в новой редакции:

«2.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающие проведение измерений при длине волны 364 нм;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2—25—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-1—100—24/29 ТХС, Кн-1—200—24/29 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—200 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336;
- тигли фильтрующие типа ТФ—32— ПОР 16 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронку Бюхнера 1 по ГОСТ 9147;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3;
- барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3;
- глицерин по ГОСТ 6259, раствор 100 г/дм^3;
- калий сернокислый по ГОСТ 4145, перекристаллизованный;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- фильтры обеззоленные по [1] или аналогичные».

Раздел 2 дополнить подразделом — 2.1а:

«2.1а. Подготовка к проведению измерений

2.1а.1. Для приготовления перекристаллизованного сернокислого калия: навеску сернокислого калия массой 100 г помещают в стакан вместимостью 1000 см^3 приливают 1000 см^3 воды и растворяют при нагревании. Нерастворившийся остаток фильтруют из горячего раствора на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), остаток отбрасывают. Фильтрат выпаривают до появления кристаллов и охлаждают. Образовавшиеся кристаллы фильтруют на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), переносят в фарфоровую чашку и сушат при температуре от 70 °С до 100 °С в течение 1—1,5 ч. Чашку с кристаллами охлаждают и повторяют перекристаллизацию. Полученные кристаллы соли после второй перекристаллизации сушат при комнатной температуре.

2.1а.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы серы.

При приготовлении раствора А массовой концентрации серы 0,1 мг/см^3 навеску сернокислого калия массой 0,0544 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 50 до 60 см^3 воды, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации серы 0,01 мг/см^3 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор Б устойчив в течение двух суток.

2.1а.3. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 25 см^3 помещают 0; 0,5; 2,0; 4,0, 6,0 и 8,0 см^3 раствора Б, 1 см^3 раствора А, что соответствует 0,0; 0,005; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 мг серы, приливают от 3,5 до 4 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см^3 воды, 10 см^3 раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают от 3 до 3,5 см^3 хлористого бария, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30—40 мин раствор снова перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 364 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду. Градуировочный график строят с учетом контрольного опыта (раствор сравнения с нулевой концентрацией серы)».

Пункт 2.2.1. Первый абзац после слов «азотной кислоты» изложить в новой редакции: «Стакан (колбу) накрывают часовым стеклом и оставляют без нагревания до прекращения бурной реакции. Затем раствор кипятят до удаления оксидов азота, снимают стекло, обмывают над стаканом (колбой) и раствор выпаривают досуха при умеренном нагревании не допуская разбрызгивания пробы».

Пункт 2.2.2 исключить.

Пункт 2.3.1. Формулу изложить в новой редакции (кроме экспликации):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m \cdot 1000};$$

экспликацию дополнить абзацами:

«m_2 — масса серы в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, мг;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы».

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции:

«2.3.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Подраздел 3.1 изложить в новой редакции:

«3.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева от 100°С до 105 °С;
- печь муфельную с температурой нагрева до 1000 °С;
- баню водяную;
- колбы мерные 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—100—29/32, Кн-2—250—29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1—50 ХС по ГОСТ 25336;
- тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;
- эксикатор 2—100 по ГОСТ 25336;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3;

- барий азотнокислый по ГОСТ 3777, насыщенный раствор;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации 0,1 г/дм^3;
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- аммиак по ГОСТ 3760;
- трибутилфосфат по [2];
- смесь трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом в соотношении 3:7;
- метиловый оранжевый, индикатор по [3], раствор 0,01 г/дм^3;
- фильтры обеззоленные по [1] или аналогичные;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026, марок Ф, ФС».

Раздел 3 дополнить подразделом — 3.1 а:

«3.1а. Подготовка к проведению измерений

3.1а.1. При приготовлении раствора хлористого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 предварительно высушенную при температуре 120 °С до постоянной массы навеску соли массой 5,8440 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 100—150 см^3 воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции:

«3.3.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Подраздел 3.3 дополнить пунктом — 3.3.2а.

«3.3.2а. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, изложенных в таблице 1 при доверительной вероятности $P = 0,95$. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6».

Стандарт дополнить элементом — «Библиография»:

«Библиография

[1] Технические условия ТУ 264221-001-05015242—07*	Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)
[2] Технические условия ТУ 2435-305-05763458—2001	Трибутилфосфат
[3] Технические условия ТУ 6-09-5171—84	Метиловый оранжевый, индикатор (парадиметиламиноазобензолсульфокислый натрий) чистый для анализа».

* Действует на территории Российской Федерации.

(ИУС № 3 2015 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 9816.3—84 Теллур технический. Методы определения серы

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 67-П от 30.05.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9246

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, RU, TJ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации[1]

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б:

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3777—76 Реактивы. Барий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4108—77 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9816.0—84 Теллур технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ ИСО 5725-6—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1б. Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли серы соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

---

[1] Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

Таблица 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли серы	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0007	0,0007	0,0009
Св. 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001	0,002
» 0,006 » 0,015 »	0,003	0,002	0,004
» 0,015 » 0,030 »	0,005	0,005	0,007
» 0,030 » 0,060 »	0,010	0,010	0,014
» 0,06 » 0,15 »	0,020	0,02	0,03
» 0,15 » 0,30 »	0,05	0,05	0,07
» 0,30 » 0,60 »	0,08	0,08	0,11

Подраздел 2.1 изложить в новой редакции:

«2.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающие проведение измерений при длине волны 364 нм;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2—25—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-1—100—24/29 ТХС, Кн-1—200—24/29 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—200 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336;
- тигли фильтрующие типа ТФ—32— ПОР 16 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронку Бюхнера 1 по ГОСТ 9147;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3;
- барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3;
- глицерин по ГОСТ 6259, раствор 100 г/дм^3;
- калий сернокислый по ГОСТ 4145, перекристаллизованный;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- фильтры обеззоленные по [1] или аналогичные».

Раздел 2 дополнить подразделом — 2.1а:

«2.1а. Подготовка к проведению измерений

2.1а.1. Для приготовления перекристаллизованного сернокислого калия: навеску сернокислого калия массой 100 г помещают в стакан вместимостью 1000 см^3 приливают 1000 см^3 воды и растворяют при нагревании. Нерастворившийся остаток фильтруют из горячего раствора на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), остаток отбрасывают. Фильтрат выпаривают до появления кристаллов и охлаждают. Образовавшиеся кристаллы фильтруют на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), переносят в фарфоровую чашку и сушат при температуре от 70 °С до 100 °С в течение 1—1,5 ч. Чашку с кристаллами охлаждают и повторяют перекристаллизацию. Полученные кристаллы соли после второй перекристаллизации сушат при комнатной температуре.

2.1а.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы серы.

При приготовлении раствора А массовой концентрации серы 0,1 мг/см^3 навеску сернокислого калия массой 0,0544 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 50 до 60 см^3 воды, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации серы 0,01 мг/см^3 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор Б устойчив в течение двух суток.

2.1а.3. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 25 см^3 помещают 0; 0,5; 2,0; 4,0, 6,0 и 8,0 см^3 раствора Б, 1 см^3 раствора А, что соответствует 0,0; 0,005; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 мг серы, приливают от 3,5 до 4 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см^3 воды, 10 см^3 раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают от 3 до 3,5 см^3 хлористого бария, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30—40 мин раствор снова перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 364 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду. Градуировочный график строят с учетом контрольного опыта (раствор сравнения с нулевой концентрацией серы)».

Пункт 2.2.1. Первый абзац после слов «азотной кислоты» изложить в новой редакции: «Стакан (колбу) накрывают часовым стеклом и оставляют без нагревания до прекращения бурной реакции. Затем раствор кипятят до удаления оксидов азота, снимают стекло, обмывают над стаканом (колбой) и раствор выпаривают досуха при умеренном нагревании не допуская разбрызгивания пробы».

Пункт 2.2.2 исключить.

Пункт 2.3.1. Формулу изложить в новой редакции (кроме экспликации):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m \cdot 1000};$$

экспликацию дополнить абзацами:

«m_2 — масса серы в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, мг;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы».

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции:

«2.3.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Подраздел 3.1 изложить в новой редакции:

«3.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева от 100°С до 105 °С;
- печь муфельную с температурой нагрева до 1000 °С;
- баню водяную;
- колбы мерные 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—100—29/32, Кн-2—250—29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1—50 ХС по ГОСТ 25336;
- тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;
- эксикатор 2—100 по ГОСТ 25336;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3;

- барий азотнокислый по ГОСТ 3777, насыщенный раствор;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации 0,1 г/дм^3;
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- аммиак по ГОСТ 3760;
- трибутилфосфат по [2];
- смесь трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом в соотношении 3:7;
- метиловый оранжевый, индикатор по [3], раствор 0,01 г/дм^3;
- фильтры обеззоленные по [1] или аналогичные;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026, марок Ф, ФС».

Раздел 3 дополнить подразделом — 3.1 а:

«3.1а. Подготовка к проведению измерений

3.1а.1. При приготовлении раствора хлористого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 предварительно высушенную при температуре 120 °С до постоянной массы навеску соли массой 5,8440 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 100—150 см^3 воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции:

«3.3.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Подраздел 3.3 дополнить пунктом — 3.3.2а.

«3.3.2а. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, изложенных в таблице 1 при доверительной вероятности $P = 0,95$. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6».

Стандарт дополнить элементом — «Библиография»:

«Библиография

[1] Технические условия ТУ 264221-001-05015242—07*	Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)
[2] Технические условия ТУ 2435-305-05763458—2001	Трибутилфосфат
[3] Технические условия ТУ 6-09-5171—84	Метиловый оранжевый, индикатор (парадиметиламиноазобензолсульфокислый натрий) чистый для анализа».

* Действует на территории Российской Федерации.

(ИУС № 3 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru