ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

ГОСТ 12645.12—86

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Изменение № 1 ГОСТ 12645.12—86 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке 15.04.94 (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

УДК 669.872:546.24.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Метод определения теллура

ГОСТ 12645.12—86*

Indium
Method for determination of tellurium

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.10.86 № 3188 дата введения установлена

01.01.88

Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

1а. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения теллура (при массовой доле теллура от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ %) в индии марки Ин 000.

Метод основан на восстановлении теллура до элементарного состояния, соосаждении в солянокислой среде гидроксиламином и серноватистокислым натрием с аморфной серой и полярографическом определении в слабокислом растворе хлористого калия при потенциале минус 0,8 В (насыщенный каломельный электрод) с применением стационарного ртутного электрода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22306—77 с дополнением.

1.1.1. Контроль точности анализа осуществляют методом стандартной добавки по ГОСТ 12645.11—86.

В качестве добавки используют раствор теллура концентрации 1 мкг/см^3, приготовленный на полярографическом фоне в день применения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Требования безопасности — по ГОСТ 12645.10—86.

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф переменного тока типа ППТ-1 или универсальный типа ПУ-1 со стационарным ртутным электродом и ячейкой полярографа с внешним анодным отделением. Анодное отделение над ртутью заполняют насыщенным раствором хлористого калия.

Пипетки по ГОСТ 29227—91 вместимостью 0,1 и 0,2 см^3

Стаканы кварцевые по ГОСТ 19908—90 вместимостью 50 и 100 см^3

Пробирки кварцевые по ГОСТ 19908—90 вместимостью 15 см^3

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

**Переиздание (март 1995 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1996 г. (ИУС 9—96)*

© Издательство стандартов, 1986
© ИПК Издательство стандартов, 1998

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, перегнанная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, перегнанная и разбавленная 1:20.

Кислота соляная, 8 моль/дм^3, готовят насыщением бидистиллированной воды хлористым водородом.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор 100 г/дм^3 в 8 моль/дм^3 соляной кислоте.

Промывная жидкость: в колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 100 г гидроксиламина гидрохлорида, приливают 50 см^3 8 моль/дм^3 соляной кислоты, доливают до 1 дм^3 бидистиллированной водой и перемешивают.

Натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244—76, раствор 100 г/дм^3; готовят из перекристаллизованного реактива.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, насыщенный раствор, готовят на бидистиллированной воде.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Соль динатриевая этилендиамин - N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73.

Фон полярографический; готовят следующим образом: 200 г хлористого калия и 1 г трилона Б растворяют в 1 дм^3 бидистиллированной воды, кислотность фона доводят до pH 2,8 (по универсальной индикаторной бумаге) перегнанной соляной кислотой, разбавленной 1:20.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дополнительно перегнанная в кварцевом аппарате с добавлением марганцовокислого калия.

Теллур марки Т-В4.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Стандартные растворы теллура

Раствор А: 0,050 г теллура растворяют в 20 см^3 перегнанной соляной кислоты с периодическим добавлением по каплям азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 100 мкг теллура.

Раствор Б: 5 см^3 стандартного А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют до метки полярографическим фоном и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 см^3 раствора Б содержит 1 мкг теллура.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску индия массой 1,000 г помещают в кварцевый стаканчик вместимостью 50 см^3, приливают 5 см^3 азотной и 2 см^3 соляной кислот и растворяют при слабом нагревании под часовым стеклом. Часовое стекло смывают 5 см^3 бидистиллированной воды и выпаривают досуха. Приливают 5 см^3 бидистиллированной воды и упаривают до влажных солей. Ведут два контрольных опыта.

К влажному остатку по каплям прибавляют муравьиную кислоту (для разложения нитратов) и проводят удаление оксидов азота и муравьиной кислоты на водяной бане. Операцию повторяют до полного прекращения выделения желтых паров. Остаток в стакане обрабатывают еще два раза по 2 см^3 муравьиной кислоты, которую выпаривают досуха. К остатку 3 раза приливают по 5 см^3 бидистиллированной воды, каждый раз выпаривая досуха.

Сухой остаток растворяют в 10 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида и раствор переводят в пробирку вместимостью 15 см^3. Прибавляют 1 см^3 раствора тиосульфата натрия, пробирку выдерживают в течение 1 ч в кипящей бане. Затем прибавляют еще 1 см^3 тиосульфата натрия, снова выдерживают в течение 1 ч на водяной бане и оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают на бумажный фильтр «белая лента», промывают его 250—300 см^3 промывной жидкости и таким же количеством воды.

Осадок с фильтра смывают 10—15 см^3 воды в стаканчик вместимостью 50 см^3, приливают 1 см^3 раствора серной кислоты, 0,2 см^3 насыщенного раствора хлористого калия, пять капель брома. Раствор выпаривают до полного удаления паров серной кислоты и охлаждают. В стаканчик прили-

вают 20 см^3 полярографического фона, слегка подогревают до полного растворения остатка, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают до метки фоном и перемешивают.

Раствор переводят в ячейку с выносным насыщением каломельным анодом, формируют ртутную каплю, включают ячейку и при потенциале минус 0,60 В ведут накопление теллура 2—3 мин. При съемке полярограмм используют катодную развертку напряжения. Потенциал пика теллура минус 0,8 В. Полярограмму каждого раствора снимают не менее трех раз. Аналогично поступают при регистрации теллура в пробах с добавками и при проведении контрольных опытов.

Высоту пика теллура измеряют по вертикали, проведенной через вершину пика до пересечения с касательной, соединяющей основание правой и левой ветвей пика. Высоты пиков не должны отличаться более чем на 15—20 %.

Массовую долю теллура в растворе определяют по методу добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot H}{H_1 \cdot m \cdot 10000},$$

где m_1 — масса добавки теллура, мкг;

H — высота пика теллура пробы за вычетом среднего значения поправки контрольного опыта, мм;

H_1 — высота пика теллура пробы с добавкой за вычетом высоты пика пробы и среднего значения поправки контрольного опыта, мм;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений и между результатами двух анализов при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля теллура, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
$5 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$
$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-6}$
$2 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
$5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$

Допускаемые расхождения для промежуточных содержаний теллура находят методом линейной интерполяции.

Редактор *В Н. Копысов*
Технический редактор *Л А. Кузнецова*
Корректор *О В. Котц*
Компьютерная верстка *Е Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10 08 95. Сдано в набор 24 02 98. Подписано в печать 01 04 98. Усл. печ. л. 0.93. Уч.-изд. л. 0 40. Тираж 117 экз.
С359. Зак. 242

gost.e-ecolog.ru

ИПК Издательство стандартов. 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102