УДК 661.692 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения селена

Technical tellurium. Methods for determination of selenium

ГОСТ 9816.2—84

Взамен ГОСТ 9816.2—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 методы определения массовой доли селена в техническом теллуре: экстракционно-фотометрический в диапазоне концентраций от 0,005 до 0,2%; титриметрический в диапазоне концентраций от 0,2 до 2%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ортофенилендиамина с селенитионами в слабокислой среде при pH 0—2,5. Комплекс экстрагируется бензолом. Максимум светопоглощения окрашенного соединения наблюдается при длине волны 315—335 нм. Для связывания железа следует добавить фосфорную кислоту, висмута — трилон Б. Если теллур не содержит висмута, трилона Б не добавляют.

2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78 с диапазоном измерений от 315 до 360 нм, погрешностью не более 10 нм.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 10678—76.
Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.
Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 400 г/дм³.
Бензол по ГОСТ 5955—75.
Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,1 моль/дм³.
Ортофенилендиамин, индикатор, раствор 10 г/дм³.
Универсальная индикаторная бумага.
Селен по ГОСТ 5455—74.
Растворы селена.
Раствор А: навеску селена массой 0,05 г помещают в стакан вместимостью 100—200 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, 5—7 капель азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения селена. Затем приливают 20 см³ воды и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 15 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.
1 см³ раствора А содержит 0,1 мг селена.
Раствор Б: аликвотную часть раствора 5 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.
1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг селена.
2.3. Проведение анализа
2.3.1. Навеску теллура массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 100—200 см³, приливают 10—15 см³ соляной кислоты, 2—3 см³ азотной кислоты, закрывают стакан покровным стеклом и осторожно нагревают до удаления окислов азота.
Стекло со стакана снимают, обмывают его водой над стаканом, помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50—200 см³ (в зависимости от массовой доли селена), разбавляют водой до метки и перемешивают. Если массовая доля селена 0,001—0,005%, то следует использовать весь раствор.
Отбирают аликвотную часть раствора 5—10 см³ и помещают ее в стакан (колбу) вместимостью 100—150 см³. Приливают воду до объема 30—35 см³, добавляют 10 см³ раствора лимонной кислоты, 1 см³ муравьиной кислоты, 5 см³ фосфорной кислоты и 0,5 см³ раствора трилона Б и перемешивают. Устанавливают значение pH 1—1,5 по универсальной индикаторной бумаге, добавляя аммиак. Затем прибавляют 3 см³ раствора ортофенилендиамина и оставляют на 15—20 мин.
Полученный раствор помещают в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, приливают 5 см³ бензола и экстрагируют

в течение (2±0,1) мин. Экстракт сливают в сухую пробирку и измеряют величину оптической плотности раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания при длине волны 335 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит бензол. Массу селена определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи стаканов (колб) вместимостью по 100—150 см³ помещают соответственно 1, 2, 3, 4, 7 и 15 см³ раствора Б и далее поступают как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю селена (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, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем раствора в мерной колбе, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески теллура, г.

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

Массовая доля селена, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01 включ.	0,001
Св. 0,01 до 0,03 включ.	0,003
» 0,03 » 0,06 »	0,007
» 0,06 » 0,15 »	0,02
» 0,15 » 0,3 »	0,06
» 0,3 » 1,0 »	0,1
» 1,0	0,4

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции между селенитом и тиосульфатом с образованием селенпентатионата и тетратионата в присутствии избытка тиосульфата. Определение селена — йодометрическим титрованием.

3.2. Реактивы, растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 9.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм³.
Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор 50 г/дм³.
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор 5 г/дм³.
Селен по ГОСТ 5455—74.
Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор в спирте 1 г/дм³.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.
Гидроксиламина гидрохлорид (солянокислый гидроксиламин) по ГОСТ 5456—79.
Мочевина по ГОСТ 6691—77.
Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, раствор 0,05 моль/дм³: навеску соли массой 12,5 г растворяют в 1000 см³ воды и отфильтровывают в склянку из темного стекла. Через 5—6 сут устанавливают массовую концентрацию раствора.

Установление массовой концентрации раствора тиосульфата натрия

Навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, прибавляют 10—12 см³ соляной кислоты, 1 см³ азотной кислоты, закрывают колбу покровным стеклом и слабо нагревают до растворения навески. Затем стекло снимают, обмывают его водой над колбой, приливают в колбу 80—100 см³ горячей воды, добавляют 4—4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 15—20 мин раствор охлаждают в проточной воде и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия до щелочной реакции. К раствору приливают 20—25 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и охлаждают. Затем полученный раствор титруют раствором тиосульфата натрия, добавляют его при перемешивании, постепенно, небольшими порциями до 21—23 см³. После этого к раствору приливают 2—3 см³ раствора йодистого калия, 2—3 см³ раствора крахмала и продолжают титрование (из микробюретки) выделившегося йода раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия (T), г/см³ по селену, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески селена, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³.

3.3. Проведение анализа

Навеску теллура массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты и 2 см³ азотной кислоты, закрывают покровным стеклом и слабо нагревают до растворения навески, затем стекло снимают, обмывают его над колбой и осторожно выпаривают раствор на теплом месте плиты до получения влажного остатка (лучше на водяной бане).

Затем приливают 20—25 см³ соляной кислоты и 60—80 см³ воды, добавляют немного фильтробумажной массы, 2—2,5 г гидроксиламина и перемешивают. Оставляют на 2—3 ч на теплом месте плиты до коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты (1 : 9), а затем 6—8 раз горячей водой.

Осадок селена вместе с фильтром переносят в колбу, в которой проводили осаждение, прибавляют 15—20 см³ соляной кислоты и 1 см³ азотной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения осадка. К полученному раствору приливают 80—100 см³ горячей воды, добавляют 4—4,5 г мочевины и далее продолжают, как указано в п. 3.2 при установлении массовой концентрации раствора тиосульфата натрия.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю селена (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора тиосульфата натрия, г/см³ селена;

m — масса навески теллура, г.

3.4.2. Абсолютное допускаемое расхождение результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должно превышать величин, приведенных в таблице.

3.4.3. При разногласиях в оценке качества теллура применяют экстракционно-фотометрический метод.

Группа В59

Изменение № 1 ГОСТ 9816.2—84 Теллур технический. Методы определения селена

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

с 01.11.86

Пункт 2.1 после слова «бензолом» дополнить словами: «или толуолом».

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр типа СФ-4А, или СФ-26, или другого типа»;

дополнить абзацем (после первого):

(Продолжение см. с. 54)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9816.2—84)

«Толуол по ГОСТ 5789—78, перегнанный»;

после слов «раствор 10 г/дм³» дополнить словом: «свежеприготовленный»

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить значения: 0,5- 1 г на 0,5 г;

третий абзац. Заменить слова «Приливают воду до объема 30—35 см³, добавляют 10 см³ раствора лимонной кислоты, 1 см³ муравьиной кислоты» на «К аликвотной части приливают 10 см³ свежеприготовленного раствора лимонной кислоты, разбавляют водой до объема 30 -35 см³, добавляют 1 см³ муравьиной кислоты»;

четвертый абзац после слов «5 см³ бензола» дополнить словами: «или толуола»;

(Продолжение см. с. 55)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9816.2—84)

заменить слова: «величину оптической плотности раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания при длине волны 335 нм и кювету с толщиной поглощающего

(Продолжение см. с. 56)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9816.2—84)

слоя 10 мм» на «оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 335 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит бензол или толуол».

(ИУС № 8 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9816.2—84 Теллур технический. Методы определения селена

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

Пункт 2.2. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5455—74».

Пункт 2.3.1. Третий абзац. Заменить значение: 0,5 $см^3$ на 0,5—1,0 $см^3$; четвертый абзац. Заменить значение: 335 нм на 315 нм.

Пункты 2.4.2, 3.4.2 изложить в новой редакции: «Разность наибольшего и наименьшего результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значения абсолютного допускаемого расхождения, приведенного в таблице».

Пункт 3.2. Исключить ссылки: «по ГОСТ 5455—74», «по ГОСТ 5850—72», «по СТ СЭВ 223—75».

(ИУС № 3 1990 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 9816.2—84 Теллур технический. Методы определения селена

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 45-П от 25.06.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9382

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]

Вводная часть. Заменить значение: «от 0,005 до 0,2 %» на «от 0,005 % до 0,15 %»; «от 0,2 до 2 %» на «от 0,15 % до 2,0 %».

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б:

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5848—73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

---

* 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.

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 селена 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.

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

В процентах

Диапазон измерений массовой доли селена	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,001	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,007	0,007	0,010
» 0,06 » 0,15 »	0,03	0,02	0,04
» 0,15 » 0,30 »	0,06	0,06	0,09
» 0,30 » 1,00 »	0,10	0,10	0,14
» 1,0 » 2,0 »	0,4	0,4	0,6

Подраздел 2.1. Заменить значение: 315—335 на 315.

Подраздел 2.2 изложить в новой редакции:

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотометр фотоэлектрический со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 315 нм;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- баню водяную;
- колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—200—2, 2—500—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-1—100—24/29 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—50 ТХС, В-1—100 ТХС, В-1—200 ТХС по ГОСТ 25336;
- делительные воронки ВД-1—100 ХС по ГОСТ 25336;
- пробирки П2Т-60—250 ХС по ГОСТ 25336;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту муравьиную по ГОСТ 5848;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- кислоту лимонную по ГОСТ 3652, раствор массовой концентрации 400 г/дм^3, свежеприготовленную;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3;

- бензол по ГОСТ 5955;
- толуол по ГОСТ 5789, перегнанный;
- селен по ГОСТ 10298 или по другим нормативным документам;
- орто-фенилендиамин, индикатор по [1], раствор массовой концентрации 10 г/дм^3, свежеприготовленный;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026,
- фильтры обеззоленные по [2] или аналогичные;
- бумагу индикаторную универсальную по [3]».

Раздел 2 дополнить подразделом — 2.2а:

«2.2а. Подготовка к проведению измерений

2.2а.1. Для построения градуировочного графика готовят растворы селена известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации селена 0,1 мг/см^3 навеску селена массой 0,0500 г помещают в стакан вместимостью 100 (200) см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, 5—7 капель азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения селена. Затем приливают 20 см^3 воды и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, прибавляют 15 см^3 соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации селена 0,01 мг/см^3 10,0 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 2 см^3 соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

2.2а.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов (колб) вместимостью 100 см^3 каждый помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 7,0 см^3 раствора Б и 1,5 см^3 раствора А, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,07 и 0,15 мг селена, и продолжают, как указано в 2.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

В качестве раствора сравнения применяют бензол или толуол».

Пункты 2.3.2, 2.4.2 исключить.

Пункт 2.4.1. Формулу изложить в новой редакции (кроме экспликации):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000};$$

экспликацию дополнить абзацами:

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

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы».

Подраздел 3.2 изложить в новой редакции:

«3.2. 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;
- баню водяную;
- колбы Кн-2—250—29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—400 ТХС, В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336;
- бюретки I—1—2—25—0,1; I—2—25—0,1; I—2—50—0,1 по ГОСТ 29251;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:9;
- натрия гидроксид (натрия гидроокись) по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3;
- калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;

- крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой концентрации 5 г/дм^3;
- мочевину по ГОСТ 6691;
- натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3;
- гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456;
- фенолфталеин, индикатор по [4], раствор 1 г/дм^3;
- селен по 10298 или по другим нормативным документам;
- фильтры обеззоленные по [2] или аналогичные;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026 марок Ф, ФС».

Раздел 3 дополнить подразделом — 3.2а:

«3.2а. Подготовка к проведению измерений

3.2а.1. При приготовлении раствора растворимого крахмала массовой концентрации 5 г/дм^3 навеску крахмала массой 0,5 г размешивают в 10 см^3 воды до получения однородной кашицы, смесь медленно сливают при перемешивании в 90 см^3 кипящей воды и кипятят в течение от 2 до 3 мин, охлаждают. Раствор применяют свежеприготовленным.

3.2а.2. При приготовлении раствора серноватистокислого натрия (тиосульфат натрия) молярной концентрации 0,05 моль/дм^3 навеску соли массой 12,5 г растворяют в 200 см^3 прокипяченной воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки прокипяченной и охлажденной водой и перемешивают. Раствор выдерживают перед употреблением в течение 5—7 сут.

3.2а.3. Установление массовой концентрации раствора тиосульфата натрия

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом: навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 10 до 12 см^3 соляной кислоты, 1 см^3 азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом (крышкой) и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают его над колбой водой, приливают от 80 до 100 см^3 горячей воды, прибавляют 4—4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 15—20 мин раствор охлаждают и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроксида натрия до щелочной реакции. К раствору приливают от 20 до 25 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и охлаждают. Затем полученный раствор титруют раствором тиосульфата натрия в объеме от 21 до 23 см^3 (прибавляют его при перемешивании, постепенно небольшими порциями). После этого приливают к раствору 2—3 см^3 раствора йодистого калия с массовой концентрацией 50 г/дм^3, 2—3 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия C, выраженную в граммах селена на 1 см^3 раствора, г/см^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески селена, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, с учетом контрольного опыта, см^3».

Пункт 3.4.1. Формула и экспликация. Заменить обозначение: T на C.

Пункты 3.4.2, 3.4.3 исключить.

Стандарт дополнить разделами — 4—6:

«4. 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).

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

6. При разногласиях в оценке массовой доли селена применяют экстракционно-фотометрический метод».

Стандарт дополнить элементом — «Библиография»:

«Библиография

[1] Технические условия ТУ 6-09-0512—91 Орто-фенилендиамин солянокислый, индикатор

[2] Технические условия ТУ 264221-001-05015242—07* Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

[3] Технические условия ТУ 6-09-1181—89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1-10 и 7-14

[4] Технические условия ТУ 6-09-5360—88 Фенолфталеин».

---

* Действует на территории Российской Федерации.

(ИУС № 3 2015 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 9816.2—84 Теллур технический. Методы определения селена

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 45-П от 25.06.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9382

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]

Вводная часть. Заменить значение: «от 0,005 до 0,2 %» на «от 0,005 % до 0,15 %»; «от 0,2 до 2 %» на «от 0,15 % до 2,0 %».

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б:

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5848—73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

---

* 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.

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 селена 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.

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

В процентах

Диапазон измерений массовой доли селена	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,001	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,007	0,007	0,010
» 0,06 » 0,15 »	0,03	0,02	0,04
» 0,15 » 0,30 »	0,06	0,06	0,09
» 0,30 » 1,00 »	0,10	0,10	0,14
» 1,0 » 2,0 »	0,4	0,4	0,6

Подраздел 2.1. Заменить значение: 315—335 на 315.

Подраздел 2.2 изложить в новой редакции:

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотометр фотоэлектрический со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 315 нм;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- баню водяную;
- колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—200—2, 2—500—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-1—100—24/29 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—50 ТХС, В-1—100 ТХС, В-1—200 ТХС по ГОСТ 25336;
- делительные воронки ВД-1—100 ХС по ГОСТ 25336;
- пробирки П2Т-60—250 ХС по ГОСТ 25336;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту муравьиную по ГОСТ 5848;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- кислоту лимонную по ГОСТ 3652, раствор массовой концентрации 400 г/дм^3, свежеприготовленную;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3;

- бензол по ГОСТ 5955;
- толуол по ГОСТ 5789, перегнанный;
- селен по ГОСТ 10298 или по другим нормативным документам;
- орто-фенилендиамин, индикатор по [1], раствор массовой концентрации 10 г/дм^3, свежеприготовленный;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026,
- фильтры обеззоленные по [2] или аналогичные;
- бумагу индикаторную универсальную по [3]».

Раздел 2 дополнить подразделом — 2.2а:

«2.2а. Подготовка к проведению измерений

2.2а.1. Для построения градуировочного графика готовят растворы селена известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации селена 0,1 мг/см^3 навеску селена массой 0,0500 г помещают в стакан вместимостью 100 (200) см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, 5—7 капель азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения селена. Затем приливают 20 см^3 воды и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, прибавляют 15 см^3 соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации селена 0,01 мг/см^3 10,0 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 2 см^3 соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

2.2а.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов (колб) вместимостью 100 см^3 каждый помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 7,0 см^3 раствора Б и 1,5 см^3 раствора А, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,07 и 0,15 мг селена, и продолжают, как указано в 2.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

В качестве раствора сравнения применяют бензол или толуол».

Пункты 2.3.2, 2.4.2 исключить.

Пункт 2.4.1. Формулу изложить в новой редакции (кроме экспликации):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000};$$

экспликацию дополнить абзацами:

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

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы».

Подраздел 3.2 изложить в новой редакции:

«3.2. 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;
- баню водяную;
- колбы Кн-2—250—29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—400 ТХС, В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336;
- бюретки I—1—2—25—0,1; I—2—25—0,1; I—2—50—0,1 по ГОСТ 29251;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:9;
- натрия гидроксид (натрия гидроокись) по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3;
- калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;

- крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой концентрации 5 г/дм^3;
- мочевину по ГОСТ 6691;
- натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3;
- гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456;
- фенолфталеин, индикатор по [4], раствор 1 г/дм^3;
- селен по 10298 или по другим нормативным документам;
- фильтры обеззоленные по [2] или аналогичные;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026 марок Ф, ФС».

Раздел 3 дополнить подразделом — 3.2а:

«3.2а. Подготовка к проведению измерений

3.2а.1. При приготовлении раствора растворимого крахмала массовой концентрации 5 г/дм^3 навеску крахмала массой 0,5 г размешивают в 10 см^3 воды до получения однородной кашицы, смесь медленно сливают при перемешивании в 90 см^3 кипящей воды и кипятят в течение от 2 до 3 мин, охлаждают. Раствор применяют свежеприготовленным.

3.2а.2. При приготовлении раствора серноватистокислого натрия (тиосульфат натрия) молярной концентрации 0,05 моль/дм^3 навеску соли массой 12,5 г растворяют в 200 см^3 прокипяченной воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки прокипяченной и охлажденной водой и перемешивают. Раствор выдерживают перед употреблением в течение 5—7 сут.

3.2а.3. Установление массовой концентрации раствора тиосульфата натрия

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом: навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 10 до 12 см^3 соляной кислоты, 1 см^3 азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом (крышкой) и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают его над колбой водой, приливают от 80 до 100 см^3 горячей воды, прибавляют 4—4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 15—20 мин раствор охлаждают и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроксида натрия до щелочной реакции. К раствору приливают от 20 до 25 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и охлаждают. Затем полученный раствор титруют раствором тиосульфата натрия в объеме от 21 до 23 см^3 (прибавляют его при перемешивании, постепенно небольшими порциями). После этого приливают к раствору 2—3 см^3 раствора йодистого калия с массовой концентрацией 50 г/дм^3, 2—3 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия C, выраженную в граммах селена на 1 см^3 раствора, г/см^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески селена, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, с учетом контрольного опыта, см^3».

Пункт 3.4.1. Формула и экспликация. Заменить обозначение: T на C.

Пункты 3.4.2, 3.4.3 исключить.

Стандарт дополнить разделами — 4—6:

«4. 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).

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

6. При разногласиях в оценке массовой доли селена применяют экстракционно-фотометрический метод».

Стандарт дополнить элементом — «Библиография»:

«Библиография

[1] Технические условия ТУ 6-09-0512—91 Орто-фенилендиамин солянокислый, индикатор

[2] Технические условия ТУ 264221-001-05015242—07* Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

[3] Технические условия ТУ 6-09-1181—89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1-10 и 7-14

[4] Технические условия ТУ 6-09-5360—88 Фенолфталеин».

---

* Действует на территории Российской Федерации.

(ИУС № 3 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru