УДК 669.45.'75 : 546.24.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Метод определения теллура

Lead-antimony alloys. Method for the determination of tellurium

ГОСТ 1293.11—83

Взамен ГОСТ 1293.11—74

ОКП 17 2532

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 705 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения массовой доли теллура от 0,005 до 0,08 % в свинцово-сурьмянистых сплавах.

Метод основан на образовании комплексного соединения теллура с бутилродамином Б, извлечении этого соединения бензолом и измерении его оптической плотности при 530 нм. Устойчивость окраски бензольного экстракта соединения теллура сильно зависит от чистоты экстрагента и посуды.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 1293.0—83.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1 и 9 н. раствор.

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

Натрий мышьяковокислый, 0,5%-ный раствор.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, 5%-ный раствор.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

Натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200—76 или калий фосфорноватистокислый по ГОСТ 9768—73, насыщенный раствор в соляной кислоте (1 : 1).

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74 или натрий бромистый по ГОСТ 4169—76, 1 М раствор в 9 н. растворе серной кислоты.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 50%-ный раствор.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76, 2%-ный раствор.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Бутиловый эфир родамина Б: 0,056 г реактива растворяют в 200 см³ 9 н. раствора серной кислоты.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление стандартных растворов теллура

Раствор А: 0,05 г теллура растворяют при нагревании в смеси 10 см³ азотной кислоты и 5—6 капель соляной кислоты. Выпаривают до объема 2—3 см³, приливают 10 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают, как указано выше. Затем повторяют эту операцию. После охлаждения добавляют 15 см³ воды, с помощью 9 н. раствора серной кислоты переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят раствор до метки 9 н. раствором серной кислоты.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг теллура.

Раствор Б: 4 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют до метки 9 н. раствором серной кислоты.

1 см³ раствора Б содержит 4 мкг теллура.

3.2. Приготовление 1М раствора бромистого калия в 9 н. растворе серной кислоты

12 г бромистого калия растворяют в 40 см³ воды, доводят объем до 50 см³ водой и до 100 см³ раствором серной кислоты (1 : 1). После охлаждения добавляют 0,5—1 г аскорбиновой кислоты (выпадение осадка сернокислого калия не мешает применению реактива).

3.3. Для построения градуировочного графика в шесть из семи делительных воронок отмеривают: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 2, 4, 6, 8, 10 и 12 мкг теллура.

В седьмую воронку стандартный раствор Б не вводят.

Доводят объем до 6 см³ 9 н. раствором серной кислоты, пере-

мешивают, прибавляют по 2 см³ раствора бутилродамида Б, перемешивают и добавляют 15 см³ бензола. Затем прибавляют 2 см³ раствора бромистого калия, 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты и сразу же экстрагируют в течение 30 с. Через 5—6 мин после расслоения жидкостей сливают через кран водный слой и 1—2 см³ экстракта, а затем через верхнее отверстие отливают 10 см³ экстракта в мерный цилиндр вместимостью 10 см³. Отобранный экстракт переносят в сухую пробирку, отмеривают тем же цилиндром 5 см³ ацетона и быстро приливают его к экстракту (для стабилизации окраски), после чего перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 530 нм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора теллура.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям теллура строят градуировочный график.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в смеси 15 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1) и 1 см³ раствора винной кислоты. Прибавляют 5 см³ раствора серной кислоты (1 : 1), 30 см³ воды и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, дают постоять около 1 ч и отфильтровывают осадок через беззольный фильтр «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 250 см³. Промывают осадок сернокислого свинца 4—5 раз холодной водой. Растворы выпаривают до появления паров серного ангидрида, после чего охлаждают, приливают 8—10 капель перекиси водорода и вновь нагревают раствор. Если окраска раствора не исчезла, добавляют еще перекиси водорода и повторяют нагревание. После исчезновения окраски раствор охлаждают, обмывают стенки колбы водой и снова нагревают до появления паров серного ангидрида. Охлаждают, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), 1 см³ раствора сернокислой меди, 0,5 см³ раствора мышьяковокислого натрия, немного фильтробумажной массы и нагревают до 70—80°С. В горячий раствор добавляют 10 см³ горячего раствора гипофосфита калия или натрия и оставляют до следующего дня.

Отфильтровывают осадок и, не давая ему подсохнуть, сразу же промывают 5—6 раз горячей водой.

Переносят воронку с фильтром на колбу, в которой проводили осаждение, растворяют осадок на фильтре горячей смесью кислот (на 5 см³ соляной кислоты добавляют 5—7 капель азотной) и промывают 3—4 раза небольшим количеством воды (для растворения на одном фильтре достаточно 5 см³ смеси кислот).

Колбу охлаждают, переносят фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора 2—5 см³ (она должна содержать 2—10 мкг теллура) помещают в стаканчик вместимостью 50 см³, добавляют 1,4 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и нагревают до появления паров серного ангидрида.

В раствор контрольного опыта, который проводят одновременно с основным анализом, вводят 2,8 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и далее по всему ходу анализа вводят удвоенное количество реактивов (для последующего заполнения двух кювет).

Стакан охлаждают, обмывают стенки стакана водой, приливают 1 см³ соляной кислоты и снова выпаривают раствор до появления паров серного ангидрида. Эту операцию повторяют. При этом полностью удаляется азотная кислота. Операции выпаривания серносолянокислых растворов следует вести только до появления первых паров серного ангидрида.

Объем остатка раствора в стаканчиках после выпаривания должен составлять 0,5—0,6 см³. При необходимости добавляют серную кислоту по каплям до объема 0,5—0,6 см³. Раствор охлаждают и добавляют 1,5 см³ воды. Переносят раствор в делительную воронку вместимостью 50 см³, обмывая стаканчик 4 см³ 9 н. раствора серной кислоты. Приливают в делительную воронку 2 см³ раствора бутилродамина Б, перемешивают, добавляют 15 см³ бензола и далее поступают как указано в п. 3.3.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Массу теллура находят по градуировочному графику.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 10000},$$

где m_1 — масса теллура в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

V_1 — объем исходного раствора сплава, см³;

m — масса навески сплава, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P^1 = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля теллура, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
До 0,005	0,0007
От 0,005 до 0,01	0,001
Св. 0,01 » 0,03	0,002
» 0,03 » 0,08	0,004

Изменение № 1 ГОСТ 1293.11—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Метод определения теллура

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4206

Дата введения 01.07.88

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709.

(Продолжение см. с. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1293.11—83)

Вводная часть. Второй абзац после слов «530 нм» дополнить словами «на спектрофотометре или в области длин волн 530—540 нм на фотоэлектроколориметре».

Пункт 2. Двенадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 4815—76.

Пункт 3.3. Третий абзац после значения 530 нм дополнить словами: «на спектрофотометре или в области длин волн 530—540 нм на фотоэлектроколориметре».

(ИУС № 2 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.11—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Метод определения теллура

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2923

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводная часть. Заменить значение: 0,005 на 0,003.

Раздел 2. Третий абзац. Заменить слова: «9 н. раствор» на «раствор c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»;

пятый абзац. Заменить слова: «0,5%-ный раствор» на «раствор 5 г/дм^3»;

шестой абзац. Заменить слова: «5%-ный раствор» на «раствор 50 г/дм^3»;

восьмой абзац. Заменить слова: «в 9 н. растворе серной кислоты» на «в растворе серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»;

девятый абзац. Заменить слово: «перекись» на «пероксид»;

десятый абзац. Заменить слова: «50%-ный раствор» на «раствор 500 г/дм^3»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «2%-ный раствор» на «раствор 20 г/дм^3»;

последний абзац. Заменить слова: «9 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»;

исключить ссылки: ГОСТ 9768—73, ГОСТ 4169—76.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить значение и слова: 0,05 г на 0,0500 г; «9 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»; «9 н. раствором серной кислоты» на «раствором серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»;

(Продолжение см. с. 50)

Третий абзац. Заменить слова: «9 н. раствором серной кислоты» на «раствором серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм³».

Пункт 3.2. Наименование. Заменить слова: «в 9 н. растворе серной кислоты» на «в растворе серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм³».

Пункт 3.3. Третий абзац. Заменить слова и значение: «до 6 см³ 9 н. раствором серной кислоты» на «до 6,0 см³ раствором серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм³»; 30 с на 1 мин.

Раздел 4. Заменить значение и слова: 0,5 г на 0,5000 г; «серного ангидрида» на «серной кислоты» (5 раз); «перекиси водорода» на «пероксида водорода» (2 раза); «9 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм³».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции:

«5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля теллура, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,0030 до 0,0050 включ.	0,0006	0,0008	0,0008
Св. 0,0050 » 0,010 »	0,0009	0,0012	0,0012
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,002	0,002
» 0,020 » 0,050 »	0,002	0,003	0,003
» 0,050 » 0,080 »	0,004	0,005	0,005

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности P = 0,95) не превышает предельных значений Δ, приведенных в таблице, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.11—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Метод определения теллура

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2923

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводная часть. Заменить значение: 0,005 на 0,003.

Раздел 2. Третий абзац. Заменить слова: «9 н. раствор» на «раствор c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»;

пятый абзац. Заменить слова: «0,5%-ный раствор» на «раствор 5 г/дм^3»;

шестой абзац. Заменить слова: «5%-ный раствор» на «раствор 50 г/дм^3»;

восьмой абзац. Заменить слова: «в 9 н. растворе серной кислоты» на «в растворе серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»;

девятый абзац. Заменить слово: «перекись» на «пероксид»;

десятый абзац. Заменить слова: «50%-ный раствор» на «раствор 500 г/дм^3»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «2%-ный раствор» на «раствор 20 г/дм^3»;

последний абзац. Заменить слова: «9 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»;

исключить ссылки: ГОСТ 9768—73, ГОСТ 4169—76.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить значение и слова: 0,05 г на 0,0500 г; «9 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»; «9 н. раствором серной кислоты» на «раствором серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»;

(Продолжение см. с. 50)

третий абзац. Заменить слова: «9 н. раствором серной кислоты» на «раствором серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3».

Пункт 3.2. Наименование. Заменить слова: «в 9 н. растворе серной кислоты» на «в растворе серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3».

Пункт 3.3. Третий абзац. Заменить слова и значение: «до 6 см^3 9 н. раствором серной кислоты» на «до 6,0 см^3 раствором серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3»; 30 с на 1 мин.

Раздел 4. Заменить значение и слова: 0,5 г на 0,5000 г; «серного ангидрида» на «серной кислоты» (5 раз); «перекиси водорода» на «пероксида водорода» (2 раза); «9 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 9 моль/дм^3».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции:

«5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля теллура, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,0030 до 0,0050 включ.	0,0006	0,0008	0,0008
Св. 0,0050 » 0,010 »	0,0009	0,0012	0,0012
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,002	0,002
» 0,020 » 0,050 »	0,002	0,003	0,003
» 0,050 » 0,080 »	0,004	0,005	0,005

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в таблице, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru