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

СУРЬМА

Метод определения теллура

ГОСТ 1367.9—83

Antimony. Method for the determination of tellurium

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6013 дата введения установлена 01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает метод инверсионной переменнотоковой полярографии для определения теллура от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ в сурьме марки Су0000П.

Метод основан на восстановлении теллура до элементного состояния гидроксиламином и серноватистокислым натрием из солянокислого раствора анализируемой пробы и соосаждения его с серой. Осадок серы с теллуром растворяют в серной кислоте с бромом. Теллур определяют полярографически в слабокислом растворе хлористого калия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 1367.0—83.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф переменнотоковый типа ПУ-1.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50, 100 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 $см^3$.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 15 $см^3$.

Мензурки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 $см^3$.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$.

Цилиндры градуированные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 $см^3$.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и 8 моль/$дм^3$ раствор.

Вода бидистиллированная (бидистиллят); готовят перегонкой дистиллированной воды в кварцевом перегонном аппарате.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой долей 10 % в 8 моль/$дм^3$ растворе соляной кислоты.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, перекристаллизованный, раствор с массовой долей 10 %.

Жидкость промывная: раствор с массовой долей 10 % гидрохлорида гидроксиламина в 8 моль/$дм^3$ растворе соляной кислоты разбавляют в пять раз бидистиллятом.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1:1.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, ос. ч., насыщенный раствор в бидистилляте.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в марте 1989 г. (ИУС 6—89).

gost.e-ecolog.ru

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73.

Фон полярографический; 200 г хлористого калия и 1 г трилона Б растворяют 1 дм³ бидистиллята и разбавленной соляной кислотой доводят pH раствора до 2,8 (по индикаторной бумаге или по показаниям патенциометра).

Теллур по ТУ 48—6—99—87.

Стандартные растворы теллура.

Раствор А: 0,1 г металлического теллура помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ концентрированной соляной кислоты с дополнением по каплям азотной кислоты.

После растворения раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят бидистиллятом до метки, перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг теллура.

Раствор Б: 1 см³ раствора А приливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают полярографическим фоном до метки и перемешивают; готовят в день употребления.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг теллура.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сурьмы марки Су0000П массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 50 см³, приливают 5 см³ азотной кислоты, 2 см³ концентрированной соляной кислоты, закрывают часовым стеклом и разлагают на водяной бане. Содержимое стакана упаривают, затем к сухому остатку добавляют 10 см³ бидистиллята и повторяют упаривание.

К сухому остатку по каплям прибавляют муравьиную кислоту. Разложение нитратов и удаление муравьиной кислоты проводят на водяной бане. После полного прекращения выделения желтых паров окислов азота при очередном прибавлении муравьиной кислоты, остаток в стакане еще два раза обрабатывают кислотой (порциями по 2 см³). Затем остаток в стакане три или более раз обрабатывают бидистиллятом (порциями по 5 см³), проводят упаривание раствора досуха на водяной бане до исчезновения запаха муравьиной кислоты.

Сухой остаток растворяют в 10 см³ гидрохлорида гидроксиламина. Раствор переводят в пробирку вместимостью 15 см³, прибавляют 1 см³ серноватистокислого натрия и помещают пробирку в кипящую водяную баню на 1,5—2 ч. Затем к раствору прибавляют еще 1 см³ раствора серноватистокислого натрия и вновь пробирку выдерживают в кипящей водяной бане в течение 1—2 ч и оставляют приблизительно на 12 ч. Затем осадок серы отфильтровывают через фильтр с белой лентой и последовательно промывают 15 раз промывной жидкостью и три раза бидистиллятом. Отмытый осадок переносят 15 см³ бидистиллята в стакан вместимостью 50 см³, приливают 1 см³ разбавленной серной кислоты, 0,2 см³ насыщенного раствора хлористого калия и пять капель брома. Раствор упаривают на песчаной бане до полного исчезновения запаха трехокиси серы.

После охлаждения в стакан добавляют 30 см³ полярографического фона. Стакан слегка подогревают до полного растворения осадка, охлаждают и переводят раствор в мерный цилиндр, доводя объем раствора до 30 см³ бидистиллятом.

3.2. Полярографирование анализируемого раствора ведут в ячейке с выносным насыщенным каломельным анодом с применением стационарного ртутного электрода. Потенциал накопления минус 0,60 В, продолжительность накопления 1—3 мин, развертка катодная. Потенциал пика около минус 0,80 В. Полярограмму каждого раствора снимают 3—4 раза. Высоту пика измеряют по вертикали, проведенной через вершину пика до пересечения с касательной, соединяющей основания ветвей пика. Концентрацию теллура в растворе определяют по методу добавок. С каждой серией проб проводят три контрольных опыта.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot H_1}{m\,(H_2 - H_1)} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса теллура в добавке, мкг;

H_1 — средняя арифметическая высота пика раствора пробы за вычетом среднего значения высоты пиков контрольных опытов, мм;

H_2 — средняя арифметическая высота пика раствора анализируемой пробы с добавкой за вычетом среднего значения высоты пиков контрольных опытов, мм (разность $H_2—H_1$ должна быть не меньше H_1 и не больше $3H_1$);

m — масса навески сурьмы, г.

4.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в таблице.

Массовая доля теллура, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,000005 до 0,000010 включ.	0,000004	0,000005
Св. 0,000010 » 0,000020 »	0,000005	0,000006
» 0,00002 » 0,00005 »	0,00001	0,00002

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru