УДК 661.692 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения теллура

Technical tellurium. Method for determination of tellurium

ГОСТ 9816.1—84

Взамен ГОСТ 9816.1—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 титриметрический метод определения теллура при его массовой доле от 96% и выше в техническом теллуре.

Метод основан на окислении четырехвалентного теллура до шестивалентного раствором двухромовокислого калия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1 и раствор 0,5 моль/дм^3.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 10678—76.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор 0,1 моль/дм^3: фиксанал соли Мора или 39,2 г соли растворяют в 200 см^3 раствора серной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм^3, полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки раствором этой же кислоты и перемешивают.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Калий двухромовокислый (бихромат калия) по ГОСТ 4220—75, раствор 0,1 моль/дм³: фиксанал бихромата калия или 4,9152 г соли, предварительно перекристаллизованной и высушенной при 150—160° С, растворяют в 200—300 см³ воды, помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора соответствует 0,006390 г теллура.

Натриевая соль дифенил-4-аминосульфокислоты (дифениламиносульфонат натрия), индикатор, раствор 2 г/дм³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску теллура массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, увлажняют небольшим количеством воды, прибавляют 5—7 см³ соляной кислоты и 2—3 см³ азотной кислоты, нагревают на водяной бане до растворения навески. Затем приливают 5—6 см³ соляной кислоты и выпаривают раствор. Эту операцию повторяют. Охлаждают полученный раствор, обмывают стенки стакана водой и выпаривают раствор досуха.

К сухому остатку приливают 10—15 см³ соляной кислоты, растворяют его при перемешивании и добавляют 40—50 см³ воды. Полученный раствор переносят в коническую колбу вместимостью 400—500 см³, прибавляют 150—170 см³ воды, 50 см³ раствора бихромата калия (из бюретки) и нагревают до 70—80° С, затем охлаждают.

После охлаждения приливают в колбу 20 см³ раствора серной кислоты (1 : 1), 5 см³ фосфорной кислоты и титруют раствором соли Мора до появления желто-зеленой окраски раствора. После этого прибавляют 1—2 см³ раствора дифениламиносульфоната натрия и продолжают титрование раствором соли Мора до перехода окраски раствора от фиолетовой к зеленой.

3.2. Устанавливают соотношение концентраций растворов бихромата калия и соли Мора (K): в коническую колбу вместимостью 500 см³ помещают 20—25 см³ раствора бихромата калия (из бюретки) и прибавляют 180—200 см³ воды, 10 см³ соляной кислоты, 20 см³ раствора серной кислоты (1 : 1), 5 см³ фосфорной кислоты и титруют в присутствии 1—2 см³ раствора дифениламиносульфоната натрия раствором соли Мора до перехода окраски раствора от фиолетовой к зеленой.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V_2 - V_1 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где T — массовая концентрация раствора бихромата калия, г/см^3 теллура;

K — соотношение концентраций растворов бихромата калия и соли Мора $K = \frac{V_2}{V_1}$;

V_1 — объем раствора бихромата калия, см^3;

V_2 — объем раствора соли Мора, см^3;

m — масса навески теллура, г.

4.2. Абсолютное допускаемое расхождение между большим и меньшим результатами трех параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должно превышать 0,5%.

Изменение № 1 ГОСТ 9816.1—84 Теллур технический. Метод определения теллура

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

Раздел 2. Пятый абзац. Заменить слова: «раствором этой же кислоты» на «водой»;

шестой абзац. Заменить значение: 4,9152 г на 4,9032 г;

седьмой абзац. Заменить значение: 0,006390 г на 0,006380 г.

Пункт 3.1 изложить в новой редакции: «3.1. Навеску теллура массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 300—400 $см^2$, увлажняют 3—5 каплями воды, прибавляют 6 $см^3$ соляной кислоты и 2 $см^3$ азотной кислоты, накрывают стакан крышкой и выдерживают при температуре (20±5) °С до полного растворения навески, затем добавляют 10 $см^2$ соляной кислоты и нагревают раствор в течение 30—40 мин на кипящей водяной бане до удаления окислов азота.

По окончании нагревания крышку и стенки стакана обмывают 10—20 $см^3$ воды и раствор нагревают 15 мин. Стакан с раствором снимают с бани, охлаждают до температуры (20±5) °С и переносят содержимое в стакан вместимостью 600 $см^3$, содержащий 50 $см^3$ раствора бихромата калия и 20—30 $см^3$ воды. Объем раствора при этом составляет 200—250 $см^3$. Раствор выдерживают при температуре (20±5) °С в течение 30—40 мин. Приливают 20 $см^3$ серной кислоты (1:1), 5 $см^3$ фосфорной кислоты, перемешивают и титруют раствором соли Мора до перехода окраски раствора до желто-зеленой.

Прибавляют 1—2 $см^3$ раствора индикатора и продолжают титрование раствором соли Мора до перехода окраски раствора от фиолетовой к зеленой».

Пункт 4.1. Экспликация. Заменить слова: «V_1 — объем раствора бихромата калия, $см^3$» на «V_1 — объем раствора соли Мора, $см^3$»; «V_2 — объем раствора соли Мора, $см^3$» на «V_2 — объем раствора бихромата калия, $см^3$».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность наибольшего и наименьшего результата трех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значения абсолютного допускаемого расхождения, равного 0,5 %».

(ИУС № 3 1990 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9816.1—84 Теллур технический. Метод определения теллура

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 64-П от 27.02.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9130

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KZ, KG, RU, TJ, UZ [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: 96 % на 96,0 %.

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 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Реактивы. Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

ГОСТ ИСО 5725-6—2002** 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 теллура соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

---

* 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.

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

Таблица 1

В процентах

Диапазон измерений массовой доли теллура	Показатель точности ±Δ	Предел (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 3)	воспроизводимости R
От 96,0 и выше	0,5	0,5	0,7

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«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 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева от 100 °С до 105 °С;
- колбы мерные 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—500—29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—400 ТХС, В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336;
- бюретки I—2—25—0,1; I—2—50—0,1 по ГОСТ 29251;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1 и раствор 0,5 моль/дм^3;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- соль закиси железа и аммония двойную сернокислую (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3;
- калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3;
- дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дифениламиносульфонат натрия), индикатор по [1], раствор 2 г/дм^3».

Стандарт дополнить разделом — 2а:

«2а. Подготовка к проведению измерений

2а.1. При приготовлении раствора соли Мора молярной концентрации 0,1 моль/дм^3: фиксанал соли Мора или 39,2 г соли растворяют в 200 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3, полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор устойчив в течение трех месяцев.

2а.2. При приготовлении раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 фиксанал бихромата калия или 4,9032 г соли (предварительно перекристаллизованной и высушенной при температуре от 150 °С до 160 °С) растворяют в объеме от 200 до 300 см^3 воды, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор устойчив в течение года.

1 см^3 раствора соответствует 0,006380 г теллура.

2а.3. При приготовлении раствора дифениламиносульфоната натрия с массовой концентрацией 2 г/дм^3 2 г дифениламиносульфоната натрия растворяют в 1000 см^3 воды. Раствор следует хранить в склянке из темного стекла.

2а.4. Установление соотношения концентраций растворов калия двухромовокислого и соли Мора

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 помещают от 20 до 25 см^3 (из бюретки) раствора двухромовокислого калия, прибавляют от 180 до 200 см^3 воды, 10 см^3 соляной кислоты, 20 см^3 раствора серной

кислоты, разбавленной 1:1, 5 см^3 ортофосфорной кислоты и титруют раствором соли Мора в присутствии 1—2 см^3 раствора дифениламиносульфоната натрия до перехода окраски раствора от фиолетовой до зеленой».

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: «на кипящей водяной бане»;

второй абзац. Исключить слова: «снимают с бани».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«4.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение трех параллельных определений при условии, что разность между наибольшим и наименьшим результатами в условиях повторяемости при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

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

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3:

«4.3. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости R, приведенных 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 6-09-07-348—75	Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дифениламиносульфонат натрия), индикатор».

(ИУС № 3 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru