МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776 : 543.06 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения теллура

Selenium. Methods of tellurium determination

ГОСТ 20996.10—82*

Взамен ГОСТ 10431—63 в части разд. VII

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена с 01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и фотометрический методы определения теллура (при массовой доле теллура 0,03—0,6 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

2.1 Сущность метода

Метод основан на полярографировании раствора, содержащего ионы теллура, на фоне гидроокиси натрия в интервале потенциалов от минус 0,8 до минус 1,4 В.

2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф типа ППТ-1 или ПУ-1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм^3.

Натрий сернистокислый 7-водный по ТУ 6—09—1457—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Теллур по ТУ 48—6—99—87, ТУ 6—04—65—82.

Стандартные растворы теллура.

Раствор А: навеску теллура массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 8—10 см^3 соляной кислоты, прибавляют 5—8 капель азотной кислоты и нагревают до растворения навески. Охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг теллура.

Раствор Б: от раствора А отбирают аликвотную часть 10 см^3 и помещают ее в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг теллура.

2.3. Проведение анализа

Навеску селена 0,5—2 г (в зависимости от массовой доли теллура) помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 15—30 см^3 азотной кислоты и нагревают до растворения навески. Выпаривают досуха и выдерживают остаток на плите 8—10 мин. Эту операцию повторяют, прибавив 3—5 см^3 азотной кислоты и выпарив досуха остаток.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Издание (июль 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)*

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

К сухому остатку добавляют 10—12 см³ раствора гидроокиси натрия, 20—25 см³ воды и нагревают до растворения солей, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5—7 см³ гидроокиси натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Для полярографирования отбирают в сухой стакан 10 см³ раствора, прибавляют 1 г сульфита натрия, перемешивают и через 5 мин переносят в электролизер. Полярографирование ведут в интервале потенциалов от минус 0,8 до минус 1,4 В по отношению к донной ртути.

Массу теллура в анализируемом растворе находят методом добавок. Для этого аликвотную часть стандартного раствора А (от 0,2 до 0,6 см³) добавляют в анализируемый раствор, перемешивают в течение 2 мин и полярографируют как и в случае анализируемого раствора. Величину стандартной добавки подбирают так, чтобы высота пика теллура увеличилась в 2—3 раза по сравнению с высотой пика теллура в растворе.

2.1—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{H\,50 \cdot 100}{m\,K\,1000},$$

где H — высота пика исследуемого раствора, мм;

K — коэффициент пересчета, равный

$$K = \frac{K_1 + K_2}{2};\quad K_1 = \frac{H_1 - H}{C_1};\quad K_2 = \frac{H_2 - H}{C_2},$$

где H_1 и H_2 — высота пиков, получаемых при полярографировании анализируемых растворов с добавками стандартного раствора теллура, мм;

C_1 и C_2 — концентрация стандартных растворов теллура, мг/см³;

m — масса навески селена, г.

2.4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Массовая доля теллура, %	Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,030 до 0,060 включ.	0,006	0,009
Св. 0,060 » 0,150 »	0,008	0,014
» 0,15 » 0,30 »	0,01	0,02
» 0,30 » 0,60 »	0,03	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения ионов теллура с диэтилдитиокарбаматом натрия и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 410—420 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

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

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, раствор 10 г/дм³.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 100 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 10 г/дм³.

Метилкрезоловый фиолетовый, индикатор: раствор 1 г/дм³ в спирте (допускается использование реактива квалификации ниже ч. д. а.).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску селена массой 0,5 или 1 г помещают в стакан вместимостью 200—300 см^3, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и выдерживают без нагревания до прекращения бурного выделения окислов азота. Стекло (пластинку) снимают, обмывают водой над стаканом и выпаривают раствор до влажного состояния. Выпаривание с 5—7 см^3 азотной кислоты повторяют два раза, каждый раз выпаривая досуха.

Приливают к сухому остатку 5—7 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. Добавляют 30—40 см^3 воды, нагревают до кипения и кипятят до растворения солей. После охлаждения полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть 5—20 см^3 (в зависимости от массовой доли теллура) и переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 см^3. К раствору добавляют 2—3 капли индикатора и нейтрализуют аммиаком до фиолетовой окраски. Приливают 1 см^3 трилона Б и снова аммиак до появления фиолетовой окраски раствора.

К нейтрализованному раствору добавляют 1 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 20—30 см^3 четыреххлористого углерода и проводят экстракцию в течение 1 мин.

После расслоения органическую фазу помещают в кювету с толщиной поглощающего слоя 20 мм и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 415 нм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу теллура находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть делительных воронок вместимостью 150—200 см^3 помещают 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 и 1,5 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,15 мг теллура, добавляют воды до 20 см^3 и нейтрализуют аммиаком до слабощелочной реакции. Приливают 1 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия и далее анализ проводят как указано в п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

где m_1 — количество теллура, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески селена, г.

3.4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 16.08.2000. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,37. Тираж 106 экз. С 5647. Зак 704.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Изменение № 2 ГОСТ 20996.10—82 Селен технический. Метод определения теллура

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14.11.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10104

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Вводную часть изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения теллура (при массовой доле теллура от 0,03 % до 0,6 %)».

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б (перед разделом 1):

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8864—71 Реактивы. Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

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

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 20996.0—82 Селен 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 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 $P = 0,95$).

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

---

* 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».

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

Таблица 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли теллура

В процентах

Диапазон измерений массовой доли теллура	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,030 до 0,060 включ.	0,006	0,006	0,009
Св. 0,060 » 0,150 »	0,010	0,008	0,014
» 0,15 » 0,30 »	0,01	0,01	0,02
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,03	0,05

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 410—420 нм;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1-250 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 соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3;
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3;
- метилкрезоловый фиолетовый, индикатор 1 г/дм^3 в спирте;
- теллур по [1], [2]».

Стандарт дополнить разделом — 3а (перед разделом 3):

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. Для построения градуировочного графика готовят растворы теллура известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации теллура 1 мг/см^3 навеску теллура массой 0,1 помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 8 до 10 см^3 соляной кислоты, прибавляют от 5 до 8 капель азотной кислоты и нагревают до растворения навески. Охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации теллура 0,1 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

3а.2. Построение градуировочного графика

В шесть делительных воронок вместимостью 200 см^3 каждая помещают 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,15 мг теллура, доливают воды до 20 см^3. К раствору добавляют 2—3 капли индикатора и нейтрализуют аммиаком до слабощелочной реакции (до фиолетовой окраски). Приливают 1 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия и продолжают, как указано в 3.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

В качестве раствора сравнения используют раствор холостого опыта».

Пункты 3.2, 3.3.2. исключить.

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции:

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

Пункт 3.4.3 изложить в новой редакции:

«3.4.3. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, 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 48-6-99—87	Теллур особой чистоты
[2] Технические условия ТУ 6-04-65—82	Теллур высокой чистоты. Марка ТВ-4».

(ИУС № 7 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru