

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ
Метод определения теллура**ГОСТ**
9816.1—84

Technical tellurium. Method for determination of tellurium

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 двуххромовокислого 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/дм³.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 10678—76.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор 0,1 моль/дм³: фиксанал соли Мора или 39,2 г соли растворяют в 200 см³ раствора серной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм³, полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки раствором этой же кислоты и перемешивают.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

421-95
76

Калий двухромовокислый (бихромат калия) по ГОСТ 4220—75, раствор 0,1 моль/дм³: фиксируют 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.

Нагревая соль дифенил-4-аминосulfофокислоты (дифенил-аминосulfонат 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/см³ теллура;

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

V_1 — объем раствора бихромата калия, см³;

V_2 — объем раствора соли Мора, см³;

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 № 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 стандартизации¹

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 серноокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двуххромовокислый. 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.