

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 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/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: фиксируют 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

5



421-95
76

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/см³ теллура;

K — соотношение 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 № 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 см³, увлажняют 3—5 каплями воды, прибавляют 6 см³ соляной кислоты и 2 см³ азотной кислоты, накрывают стакан крышкой и выдерживают при температуре (20±5) °С до полного растворения навески, затем добавляют 10 см³ 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 см³ 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 см³, содержащий 50 см³ раствора бихромата калия и 20—30 см³ воды. Объем раствора при этом составляет 200—250 см³. Раствор выдерживают при температуре (20±5) °С в течение 30—40 мин. Приливают 20 см³ серной кислоты (1:1), 5 см³ фосфорной кислоты, перемешивают и титруют раствором соли Мора до перехода окраски раствора до желто-зеленой.

Прибавляют 1—2 см³ 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, см³» на « V_1 — объем раствора соли Мора, см³»; « V_2 — объем раствора соли Мора, см³» на « V_2 — объем раствора бихромата калия, см³».

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.)