

**ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ****Методы определения серы**

Technical tellurium. Methods for determination of sulphur

**ГОСТ****9816.3—84**

Взамен

**ГОСТ 9816.3—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 фототурбидиметрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,001 до 0,1%) и гравиметрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,1 до 0,6%) в техническом теллуре.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

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

**2. ФОТОТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Метод основан на образовании суспензии сернокислого бария при взаимодействии ионов бария с сульфат-ионами и измерении интенсивности помутнения раствора. В качестве стабилизатора суспензии используется глицерин.

**2.1. Аппаратура, реактивы, растворы**

Спектрофотометр или фотозлектроколориметр по ГОСТ 12083—78 с диапазоном измерений от 300 до 360 нм, погрешностью  $\pm 10$  нм.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, перекристаллизованный.

Растворы сернокислого калия.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

427-95  
18

Раствор А: навеску соли массой 0,0544 г растворяют в 50—60 см<sup>3</sup> воды, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг серы.

Раствор Б: аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг серы. Раствор Б устойчив в течение 2 сут.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

## 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску теллура массой 0,1—4 г (в зависимости от массовой доли серы) помещают в стакан (колбу) вместимостью 100—200 см<sup>3</sup>, приливают 1—2 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия и 20—25 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Стакан накрывают покровным стеклом и оставляют без нагревания до прекращения бурной реакции в течение 5—10 мин. Затем кипятят до удаления окислов азота, снимают стекло, обмывают его водой над стаканом (колбой) и раствор осторожно выпаривают досуха.

К сухому остатку прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 10—15 см<sup>3</sup> воды и нагревают раствор до кипения. Выдерживают полученный раствор в течение 1—1,5 ч.

Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, и промывают 5—6 раз водой. Фильтрат помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. Фильтр с осадком отбрасывают.

Аликвотную часть раствора 1—10 см<sup>3</sup> (или весь раствор в зависимости от массовой доли серы) помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, прибавляют 0,5—1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), 10 см<sup>3</sup> глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 30—40 мин снова раствор перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектродетекторе или спектрофотометре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 326 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу серы определяют по градуировочному графику.

2.2.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 25 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1; 2; 3; 4 и 6 см<sup>3</sup> раствора Б. Добавляют в каждую колбу по 0,5—1 см<sup>3</sup>

раствора соляной кислоты (1:1), воды до 10 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 30—40 мин измеряют оптическую плотность раствора.

### 2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю серы ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса серы, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — объем раствора в мерной колбе, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески теллура, г.

2.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003 включ.	0,0007
Св. 0,003 > 0,006 >	0,001
> 0,006 > 0,015 >	0,002
> 0,015 > 0,03 >	0,005
> 0,03 > 0,06 >	0,01
> 0,06 > 0,15 >	0,02
> 0,15 > 0,3 >	0,05
> 0,3 > 0,6 >	0,08

### 3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на выделении серы в виде сульфат-ионов раствором азотнокислого бария и взвешивании полученного осадка. Предварительно серу следует отделить от мешающих элементов экстракцией смесью трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом.

#### 3.1. Реактивы, растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77 и раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, приготовленный из фиксаля соли или следующим образом: предварительно высушенную при 120° С до постоянной массы навеску соли 5,8440 г растворяют в 100—150 см<sup>3</sup> воды, раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до

метки и перемешивают. Хранят раствор в склянке с притертой пробкой.

Барий азотнокислый по ГОСТ 3777 -76, насыщенный раствор: навеску массой 34,2 г растворяют при кипении в 100 см<sup>3</sup> воды и охлаждают.

Четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288—74.

Трибутилфосфат.

Смесь трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом в соотношении 3 : 7.

Метилловый оранжевый по ГОСТ 10816—64, раствор 0,01 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277--75, раствор 0,1 г/дм<sup>3</sup>.

### 3.2. Проведение анализа

Навеску теллура массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100—200 см<sup>3</sup>, приливают 2—3 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 5—6 см<sup>3</sup> соляной кислоты, добавляют 0,2 г хлористого натрия и нагревают на водяной бане до получения небольшого объема. Затем приливают 5—6 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают досуха.

К сухому остатку добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до растворения солей, полученный раствор охлаждают и помещают в делительную воронку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> смеси трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом и экстрагируют в течение (60±5) с.

После расслоения жидкостей органическую фазу отбрасывают, а к солянокислому раствору приливают 25 см<sup>3</sup> смеси трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом и повторяют экстракцию.

Солянокислотный раствор переливают в коническую колбу (стакан) вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> и выпаривают досуха. Затем приливают 2—3 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 100—120 см<sup>3</sup> воды, 5—7 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия. Для полной коагуляции осадка раствор оставляют на ночь.

Осадок хлористого серебра отфильтровывают через фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза горячей водой. Фильтр с осадком отбрасывают.

Фильтрат нейтрализуют аммиаком в присутствии метилового оранжевого, прибавляют 3—5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 8—10 см<sup>3</sup> насыщенного раствора азотнокислого бария и оставляют для коагуляции осадка до следующего дня.

Осадок отфильтровывают через двойной плотный фильтр, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, и промывают 10—12 раз горячей водой (до отрицательной реакции на хлор-ион с раствором азотнокислого серебра).

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 900—950° С в течение 1—1,5 ч.

Тигель с осадком помещают в эксикатор и после охлаждения взвешивают. Прокаливание и взвешивание тигля с осадком повторяют до получения постоянной массы.

### 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю серы ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,1373 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса осадка сульфата бария, г;

0,1373 — фактор пересчета массы сульфата бария на серу;

$m$  — масса навески теллура, г.

3.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должно превышать величин, приведенных в таблице.

3.3.3. При разногласиях в оценке качества теллура применяют фототурбидиметрический метод.

Изменение № 1 ГОСТ 9816.3—84 Теллур технический. Методы определения серы

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.05.86 № 1229 срок введения установлен

с 01.11.86

Пункт 2.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Фотоэлектродориметр типа ФЭК-56М, или КФК-2, или спектроколориметр типа «Спекол»; третий абзац дополнить словами: «раствор 100 г/дм<sup>3</sup>»;

четвертый абзац после слова «перекристаллизованный» дополнить словами: «к 100 г сернистого калия приливают 1000 см<sup>3</sup> воды и растворяют навеску при нагревании. Нерастворившийся остаток фильтруют из горячего раствора на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), затем его отбрасывают. Фильтрат выпаривают до появления кристаллов и охлаждают. Образовавшиеся кристаллы фильтруют на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), затем переносят в фарфоровую чашку и сушат при температуре 70—100 °С в течение 1—1,5 ч. Чашку с кристаллами охлаждают и повторяют перекристаллизацию. Полученные кристаллы соли после второй перекристаллизации сушат при комнатной температуре».

Пункт 2.2.1 изложить в новой редакции: «2.2.1. Навеску теллура массой 0,1—0,5 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 100—200 см<sup>3</sup>, приливают 1—2 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия и 10—15 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Стакан

*(Продолжение см. с. 53)*

(колбу) накрывают покровным стеклом и оставляют без нагревания до влажного остатка. Снимают стекло, обмывают его водой над стаканом (колбой) и выпаривают раствор досуха.

К сухому остатку приливают 4—4,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 5—7 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Затем выдерживают раствор в теплом месте плиты в течение 1—1,5 ч.

После охлаждения раствор помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), 10 см<sup>3</sup> раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают 3—3,5 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 30—40 мин снова раствор перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 364 нм и кювету с толщиной слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода.

Массу серы определяют по градуировочному графику.

Пункт 2.2.2. Заменить слова и значение: «0,5; 1; 2; 3; 4 и 6 см<sup>3</sup> раствора Б» на «0,5; 2; 4; 6 и 8 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора А»; «0,5—1 см<sup>3</sup> на 3,5—4 см<sup>3</sup>»; «воды до 10 см<sup>3</sup>» на «воды до объема 10 см<sup>3</sup>»;

после слов «плотность раствора» дополнить словами: «относительно воды».

Изменение № 2 ГОСТ 9816.3—84 Теллур технический. Методы определения серы  
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

Пункты 2.3.2, 3.3.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Разность наибольшего и наименьшего результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице».

Пункт 3.1. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10816—64».

(ИУС № 3 1990 г.)