
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
9816.3—
2017

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения серы

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2017

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

- 1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»
- 2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»
- 3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 июня 2017 г. № 51)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 октября 2017 г. № 1469-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9816.3—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 9816.3—84

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты» (по состоянию на 1 января текущего года), а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартиформ, 2017

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Характеристики показателей точности измерений	2
4 Фототурбидиметрический метод (от 0,001 % до 0,10 %)	2
5 Гравиметрический метод	5

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ**Методы определения серы**

Technical tellurium. Methods for determination of sulphur

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на технический теллур и устанавливает методы измерений массовой доли серы (фототурбидиметрический и гравиметрический) в диапазоне от 0,0010 % до 0,60 %.

Общие требования к методикам измерений, безопасности, контролю точности результатов измерений — в соответствии с ГОСТ 9816.0.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 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 3777—76 Реактивы. Барий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9816.0—2014 Теллур технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 24104—2001¹⁾ Весы лабораторные. Общие технические требования

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

и размеры

ГОСТ ИСО 5725-6—2003²⁾ Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

²⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 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 и классификаторов на территории государства по соответствующему указателю стандартов и классификаторов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли серы 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.

Таблица 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли серы	Показатель точности $\pm \Delta$	Предел (абсолютное значение)	
		повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости R
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0007	0,0007	0,0009
Св. 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001	0,002
» 0,006 » 0,015 »	0,003	0,002	0,004
» 0,015 » 0,030 »	0,005	0,005	0,007
» 0,030 » 0,060 »	0,010	0,010	0,014
» 0,06 » 0,15 »	0,02	0,02	0,03
» 0,15 » 0,30 »	0,05	0,05	0,07
» 0,30 » 0,60 »	0,08	0,08	0,11

4 Фототурбидиметрический метод (от 0,001 % до 0,10 %)

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающие проведение измерений при длине волны 364 нм;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева не выше 170 °С;
- шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева не выше 110 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2—25—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн—1—100—24/29 ТХС, Кн—1—250—24/29 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В—1—100 ТХС, В—1—250 ТХС, В—1—2000 ТХС по ГОСТ 25336;
- тигли фильтрующие типа ТФ32—ПОР16 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронку Бюхнера 1 по ГОСТ 9147;
- чашки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³;
- барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³;

- глицерин по ГОСТ 6259, раствор 100 г/дм³;
- калий серноокислый по ГОСТ 4145, перекристаллизованный;
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- фильтры обеззоленные по нормативным документам государств, принявших настоящий стандарт¹⁾.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной документации при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

4.2 Сущность метода измерений

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

4.3 Подготовка к проведению измерений

4.3.1 Для приготовления перекристаллизованного серноокислого калия: навеску серноокислого калия массой 100 г помещают в стакан вместимостью 2000 см³, приливают 1000 см³ воды и растворяют при нагревании. Нерастворившийся остаток фильтруют из горячего раствора на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), остаток отбрасывают. Фильтрат выпаривают до появления кристаллов и охлаждают. Образовавшиеся кристаллы фильтруют на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), переносят в фарфоровую чашку и сушат при температуре от 70 °С до 100 °С в течение от 1 до 1,5 ч. Чашку с кристаллами охлаждают и повторяют перекристаллизацию. Полученные кристаллы соли после 2-й перекристаллизации сушат при комнатной температуре.

4.3.2 Приготовление растворов известной концентрации

При приготовлении раствора А массовой концентрации серы 0,1 мг/см³ навеску серноокислого калия массой 0,0544 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают от 50 до 60 см³ воды, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации серы 0,01 мг/см³ 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор Б устойчив в течение 2 сут.

4.3.3 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая помещают 0; 0,5; 2,0; 4,0; 6,0 см³ раствора Б, 0,8 и 1 см³ раствора А, что соответствует 0,0; 0,005; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 мг серы, приливают от 3,5 до 4 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, до 10 см³ воды, 10 см³ раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают от 3 до 3,5 см³ хлористого бария, доливают водой до метки и перемешивают. Величину оптической плотности раствора измеряют через отрезок времени от 40 до 60 мин, перемешивая раствор каждые 10 мин, при длине волны 364 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду. Градуировочный график строят с учетом холостого опыта (раствор сравнения с нулевой концентрацией серы). Значения каждой точки графика получают не менее чем по трем параллельным определениям.

Примечание — Допускается использовать вместо раствора глицерина раствор крахмала.

4.4 Выполнение измерений

Навеску теллура массой от 0,1 до 0,5 г (взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в стакан (колбу) вместимостью 100 (250) см³, приливают от 1 до 2 см³ раствора углекислого натрия и от 10 до 15 см³ азотной кислоты. Стакан (колбу) накрывают часовым стеклом и оставляют без нагревания до прекращения бурной реакции. Затем раствор кипятят до удаления оксидов азота, снимают стекло, обмывают над стаканом (колбой) и раствор выпаривают досуха при умеренном нагревании, не допуская разбрызгивания пробы.

1) В Российской Федерации — по ТУ 2642-001-45235143—2011 «Фильтры бумажные лабораторные».

К сухому остатку приливают от 4 до 4,5 см³ соляной кислоты, от 5 до 7 см³ воды и нагревают до растворения солей. Затем выдерживают раствор в теплом месте плиты в течение от 1 до 1,5 ч.

После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 25 см³, приливают 1 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см³ раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают от 3 до 3,5 см³ раствора хлористого бария, доливают водой до метки и перемешивают.

Примечание — Допускается использовать вместо раствора глицерина раствор крахмала.

Величину оптической плотности раствора измеряют через отрезок времени от 40 до 60 мин, перемешивая раствор каждые 10 мин, при длине волны 364 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массовую долю серы определяют по градуировочному графику.

Допускается для диапазона определения массовой доли серы от 0,0010 % до 0,0060 % и учета влияния основы пробы (теллура и сопутствующих примесей) проводить дополнительный холостой опыт. Для этого параллельно отбирают дополнительно навеску теллура. Далее проводят процедуру анализа без добавления хлористого бария. Одновременно проводят холостой опыт на чистоту реактивов без добавления хлористого бария.

4.5 Обработка результатов измерений

4.5.1 Массовую долю серы X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m \cdot 1000}, \quad (1)$$

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

m_2 — масса серы в растворе холостого опыта, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески теллура, г;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы.

4.5.2 Для диапазона измерений от 0,0010 % до 0,006 % массовую долю серы в дополнительном холостом опыте X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_3 - m_4) \cdot 100}{m_5 \cdot 1000}, \quad (2)$$

где m_3 — масса серы в растворе дополнительного холостого опыта, найденная по градуировочному графику, мг;

m_4 — масса серы в растворе холостого опыта на чистоту реактивов без добавления хлористого бария, найденная по градуировочному графику, мг;

m_5 — масса навески теллура, взятая для дополнительного холостого опыта, г;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы.

4.5.3 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 результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в 5.2.2.1 ГОСТ ИСО 5725-6.

За результат измерений при их проведении с учетом влияния основы пробы принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений за вычетом среднеарифметического значения двух параллельных определений дополнительного холостого опыта ($\bar{X} - \bar{X}_1$) при условии, что абсолютная разность между двумя параллельными определениями массовой доли серы в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r , приведенных в таблице 1.

4.5.4 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости R , приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в 5.3.3 ГОСТ ИСО 5725-6.

5 Гравиметрический метод

5.1 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 не выше 350 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева не выше 120 °С;
- печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева не выше 1000 °С;
- баню водяную;
- колбы мерные 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн—2—100—29/32, Кн—2—250—29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В—1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД—1—50 ХС по ГОСТ 25336;
- тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;
- эксикатор 2—100 по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³;
- барий азотнокислый по ГОСТ 3777, насыщенный раствор;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации 0,1 г/дм³;
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- аммиак по ГОСТ 3760;
- трибутилфосфат по нормативным документам государств, принявших настоящий стандарт¹⁾;
- смесь трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом в соотношении 3:7;
- метиловый оранжевый, индикатор по нормативным документам государств, принявших настоящий стандарт²⁾, раствор 0,01 г/дм³;
- фильтры обеззоленные по нормативным документам государств, принявших настоящий стандарт³⁾;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026, марок Ф, ФС.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной документации, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

5.2 Сущность метода

Метод основан на выделении серы в виде сульфат-ионов раствором азотнокислого бария и взвешивании полученного осадка. Сера предварительно отделяют от других компонентов экстракцией смесью трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом.

5.3 Подготовка к проведению измерений

При приготовлении раствора хлористого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ предварительно высушенную при температуре 120 °С до постоянной массы навеску соли массой 5,8440 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 100—150 см³ воды, раствор переливают в мерную

1) В Российской Федерации — по ТУ 2435-305-05763458-2011 «Трибулфосфат».

2) В Российской Федерации — по ТУ 6-09-5171-84 «Метиловый оранжевый, индикатор (парадиметиламиноазобензолсульфокислый натрий) чистый для анализа».

3) В Российской Федерации — по ТУ 2642-001-45235143-2011 «Фильтры бумажные лабораторные».

колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой.

5.4 Выполнение измерений

Навеску теллура массой 1 г, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 100 (250) см³, приливают от 2 до 3 см³ азотной кислоты и от 5 до 6 см³ соляной кислоты, добавляют 0,2 г хлористого натрия и нагревают на водяной бане до получения небольшого объема. Затем приливают от 5 до 6 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха.

К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей, раствор охлаждают и помещают в делительную воронку вместимостью 50 см³, приливают 25 см³ смеси трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом и экстрагируют в течение (60±5) мин.

После расслоения жидкости органическую фазу отбрасывают, а к солянокислому раствору приливают 25 см³ смеси трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом и повторяют экстракцию.

Солянокислый раствор переливают в коническую колбу (стакан) вместимостью 250 см³ и выпаривают досуха. Затем приливают от 2 до 3 см³ азотной кислоты, от 100 до 120 см³ воды, от 5 до 7 см³ раствора хлористого натрия. Для полной коагуляции осадка раствор оставляют на ночь.

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

Фильтрат нейтрализуют аммиаком в присутствии метилового оранжевого, приливают от 3 до 5 см³ азотной кислоты, от 8 до 10 см³ 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 хлорид с раствором азотнокислого серебра).

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

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

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 Массовую долю серы X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,1373 \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где m_1 — масса осадка сульфата бария, г;

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

m — масса навески теллура, г.

5.5.2 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 результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости r , выполняют процедуры, изложенные в 5.2.2.1 ГОСТ ИСО 5725-6.

5.5.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении данного условия могут быть использованы процедуры, изложенные в 5.3.3 ГОСТ ИСО 5725-6.

УДК 661.692:543.06:006.354

МКС 77.120.99

Ключевые слова: теллур технический, массовая доля, сера, методы измерений

БЗ 6—2017/67

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 24.10.2017. Подписано в печать 02.11.2017. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 25 экз. Зак. 2182.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru