

**БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ****Методы определения теллура****ГОСТ****15027.19—86**

Tinless bronze.

Methods for determination of tellurium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.87

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и потенциометрический методы определения теллура (при массовой доле теллура от 0,2 % до 1,0 %) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5009—85.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 при двух параллельных определениях.

**2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и изменении атомной абсорбции теллура в пламени ацетилен — воздух при длине волны 214,3 нм.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Источник излучения для теллура.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 1 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Медь марки МО по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 5 г меди растворяют в 50 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:1), кипятят для удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,05 г меди.

Теллур по ГОСТ 17614.

Стандартный раствор теллура: 0,5 г теллура растворяют на водяной бане в 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (2:1) и выпаривают до влажного остатка. Остаток растворяют в 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г теллура.

**2.3. Проведение анализа**

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. Раствор кипятят для удаления оксидов азота, охлаждают, разбавляют водой до 30 см<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию теллура в пламе-

## С. 2 ГОСТ 15027.19—86

ни ацетилен—воздух при длине волны 214,3 нм параллельно в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика. Концентрацию теллура находят по градуировочному графику.

### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> раствора меди; в пять из них добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора теллура, что соответствует 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мг теллура. Все колбы доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию теллура непосредственно до и после измерения абсорбции раствора пробы. По полученным значениям строят градуировочный график.

### 2.4. Обработка результатов

#### 2.4.1. Содержание теллура ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где  $c_1$  — концентрация теллура в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$c_2$  — концентрация теллура в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), указанных в таблице.

#### (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2а. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля теллура, %	$d$ , %	$D$ , %
От 0,2 до 0,5 включ.	0,03	0,04
Св. 0,5 » 1,0 »	0,05	0,07

2.4.26. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных потенциометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

#### 2.4.2а, 2.4.26. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

2.4.3. При разногласиях в оценке качества бронз определение теллура проводят атомно-абсорбционным методом.

## 3. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, окислении теллура (IV) титрованным раствором двухромовокислого калия до теллура (VI) и титровании его избытка раствором соли Мора.

### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для потенциометрического титрования с насыщенным каломельным электродом и индикаторным платиновым электродом.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Мочевина по ГОСТ 6691.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

0,017 моль/дм<sup>3</sup> раствор: 2,4517 г двухромовокислого калия, предварительно высушенного при 150 °C до постоянной массы, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,00319 г теллура.

Допускается применение приготовления раствора из фиксанола.

Соль залиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствор: 19,6 г соли Мора растворяют в 800 см<sup>3</sup> воды, содержащей 60 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Коэффициент пересчета для раствора соли Мора устанавливают следующим образом: 20 см<sup>3</sup> раствора двухромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, добавляют 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавляют водой до объема 200 см<sup>3</sup> и титруют потенциометрически раствором соли Мора до скачка потенциала.

Коэффициент пересчета для раствора соли Мора ( $K$ ) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_2}{V_3},$$

где  $V_2$  — объем раствора двухромовокислого калия, взятый на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют 40 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и растворяют сначала на холода, а затем при нагревании. После растворения раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, добавляют 1 г мочевины, разбавляют водой до объема 200 см<sup>3</sup> и перемешивают. Затем добавляют 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, охлаждают и, перемешивая, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора двухромовокислого калия. Раствор оставляют на 15 мин. Избыток раствора двухромовокислого калия титруют потенциометрически раствором соли Мора до скачка потенциала.

### 3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot 0,00319 \cdot 100}{m}.$$

где  $V$  — объем раствора двухромовокислого калия, взятый на окисление теллура, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование избытка раствора двухромовокислого калия, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент пересчета для раствора соли Мора;

0,00319 — масса теллура, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора двухромовокислого калия;

$m$  — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), указанных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.04.86 № 985
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 859—2001	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4208—72	3.2
ГОСТ 4220—75	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	2.2; 3.2
ГОСТ 6691—77	3.2
ГОСТ 17614—80	2.2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	1.1; 2.4.26; 3.4.4

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 23.10.91 № 1642

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1991 г. (ИУС 1—92)