

**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/дм<sup>3</sup>.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 10678—76.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: фиксанал соли Мора или 39,2 г соли растворяют в 200 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки раствором этой же кислоты и перемешивают.



Калий двухромовокислый (бихромат калия) по ГОСТ 4220—75, раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: фиксанал бихромата калия или 4,9152 г соли, предварительно перекристаллизованной и высушенной при 150—160° С, растворяют в 200—300 см<sup>3</sup> воды, помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,006390 г теллура.

Натриевая соль дифенил-4-аминосульфокислоты (дифениламиносульфонат натрия), индикатор, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску теллура массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, увлажняют небольшим количеством воды, прибавляют 5—7 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 2—3 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают на водяной бане до растворения навески. Затем приливают 5—6 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты, растворяют его при перемешивании и добавляют 40—50 см<sup>3</sup> воды. Полученный раствор переносят в коническую колбу вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>, прибавляют 150—170 см<sup>3</sup> воды, 50 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия (из бюретки) и нагревают до 70—80° С, затем охлаждают.

После охлаждения приливают в колбу 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), 5 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты и титруют раствором соли Мора до появления желто-зеленой окраски раствора. После этого прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают 20—25 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия (из бюретки) и прибавляют 180—200 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), 5 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты и титруют в присутствии 1—2 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup> теллура;

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

$V_1$  — объем раствора бихромата калия, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора соли Мора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 см<sup>3</sup>, увлажняют 3—5 каплями воды, прибавляют 6 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают стакан крышкой и выдерживают при температуре  $(20 \pm 5)$  °С до полного растворения навески, затем добавляют 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды и раствор нагревают 15 мин. Стакан с раствором снимают с бани, охлаждают до температуры  $(20 \pm 5)$  °С и переносят содержимое в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, содержащий 50 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия и 20—30 см<sup>3</sup> воды. Объем раствора при этом составляет 200—250 см<sup>3</sup>. Раствор выдерживают при температуре  $(20 \pm 5)$  °С в течение 30—40 мин. Приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), 5 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты, перемешивают и титруют раствором соли Мора до перехода окраски раствора до желто-зеленой.

Прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>» на « $V_1$  — объем раствора соли Мора, см<sup>3</sup>»; « $V_2$  — объем раствора соли Мора, см<sup>3</sup>» на « $V_2$  — объем раствора бихромата калия, см<sup>3</sup>».

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.)