УДК 669.777:543.869:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТЕЛЛУР ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Спектральный метод определения мышьяка, сурьмы, ртути и кадмия

ГОСТ 24977.3—81*

Tellurium high purity.
Spectral method for the determination of arsenic, antimonic, mercury and cadmium

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1981 г. № 4486 срок введения установлен

с 01.01.83

Постановлением Госстандарта от 07.09.92 № 1123 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения мышьяка, сурьмы, ртути и кадмия в теллуре высокой чистоты при массовой доле примесей в процентах:

мышьяка $8 \cdot 10^{-5} — 2 \cdot 10^{-3}$;

сурьмы $2 \cdot 10^{-5} — 1 \cdot 10^{-3}$;

ртути $2 \cdot 10^{-5} — 1{,}5 \cdot 10^{-3}$;

кадмия $1 \cdot 10^{-5} — 1{,}5 \cdot 10^{-3}$.

Определение примесей в теллуре высокой чистоты проводят по методу «трех эталонов» с применением для испарения и возбуждения спектра дуги переменного тока.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 22306—77 и ГОСТ 24977.1—81.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

**Переиздание (март 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1987 г., сентябре 1992 г. (ИУС 11—87, 12—92)*

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Спектрограф с кварцевой оптикой средней дисперсии типа ИСП-30 или спектрограф со скрещенной оптикой типа СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Микрофотометр, предназначенный для измерения плотности почернения спектральных линий.

Генератор активизированной дуги переменного тока любого типа.

Станок для заточки угольных электродов.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г по ГОСТ 24104—88.

Весы торсионные типа ВТ с погрешностью взвешивания не более 0,001 г по ГОСТ 13718—68.

Пинцеты из нержавеющей стали медицинские по ГОСТ 21241—89.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Лампа инфракрасная любого типа с лабораторным автотрансформатором типа ЛНО-250—2.

Чашки кварцевые по ГОСТ 19908—90, вместимостью 50 $см^3$.

Ступка из органического стекла с пестиком.

Электроды из углей марки С-3М или С-2М по ТУ 16—88 ИЛЕА 757 диаметром 6 мм с диаметром канала (4,0±0,1) мм, глубиной канала (10±1) мм.

Контрэлектроды из углей марки С-3М или С-2М по ТУ 16—88 ИЛЕА 757 диаметром 6 мм длиной 30—50 мм.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Фотопластинки «спектрографические», типа II или УФШ.

Теллур высокой чистоты марки Т-В4 по ТУ 6—04—65—82 или марки «экстра» по ТУ 48—0515—028—89.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра и других спектральных приборов, других реактивов и материалов, фотопластинок, обеспечивающих получение показателей точности, не уступающих настоящим стандартам.

Мышьяк элементарный или ангидрид мышьяковистый.

Сурьма по ГОСТ 1089—82.

Ртути оксид желтый по ГОСТ 5230—74.

Кадмия оксид по ГОСТ 11120—75.

Спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Образцы сравнения

Готовят два комплекта образцов сравнения. Для приготовления первого головного образца сравнения, содержащего 6 % As, 1,5 % Sb и 1,5 % Hg, взвешивают 9,088 г металлического теллура, 0,600 г мышьяка элементарного, 0,150 г сурьмы металлической, 0,162 г оксида ртути, помещают в ступку и тщательно перетирают в течение 1 ч.

Для приготовления второго головного образца сравнения, содержащего 1,5 % Cd, взвешивают 0,172 г оксида кадмия и 9,828 г металлического теллура, помещают в ступку и тщательно перетирают в течение 60 мин.

Разбавлением головных образцов сравнения в сто раз (за два приема), а каждого вновь полученного в 2,5—3 раза теллуром получают два комплекта рабочих образцов сравнения, содержащих следующие массовые доли примесей.

Номер образца сравнения (I комплект)	Массовая доля примесей, %		Номер образца сравнения (II комплект)	Массовая доля, %
	мышьяк	сурьма, ртуть		кадмий
1	0,006	0,0015	1	0,0015
2	0,002	0,0005	2	0,0005
3	0,0006	0,00015	3	0,00015
4	0,0002	0,00005	4	0,00005
5	0,00008	0,00002	5	0,00002

Примечание. В зависимости от состава теллура, поступающего на анализ, допускается менять массовую долю той или иной примеси в образцах сравнения.

Приготовленные образцы сравнения хранят в бюксах или в другой посуде с плотно закрывающимися крышками.

Предельно допускаемое значение погрешности установления значений аттестуемых характеристик образцов сравнения не превышает 0,03 % от аттестуемого значения содержания компонента.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Пробы и образцы сравнения набивают в угольные электроды (полный кратер). Из каждой пробы готовят по восемь, образца сравнения — по четыре электрода.

Спектры фотографируют при помощи спектрографа на фотопластинку.

Испарение пробы и возбуждение спектра проводят в дуге переменного тока силой 18 А, экспозиция — 60 с. На одну фотопластинку фотографируют по четыре спектра пробы и по два спектра образцов сравнения, сжигая по два электрода, не перемещая кассету.

Если в пробах не появились линии As 234,9 нм и As и Cd 228,8 нм, то выписывают As < 0,00008 %, Cd < 0,00005 %.

В случае, если линия As — 234,9 нм не появилась, а линия Cd 228,8 нм видна, то для определения кадмия готовят и фотографируют пробы и второй комплект образцов сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При помощи микрофотометра измеряют почернения аналитических линий ($S_{л+ф}$) и фона ($S_ф$) вблизи линии (длины волн в нм):

ртуть HgI 253,6;

сурьма SbI 259,8;

мышьяк AsI 234,9;

кадмий CdI 228,8.

На микрофотометре измеряют почернение линии определяемого элемента в спектрах образцов сравнения во всех трех ступеньках ослабителя (см. приложение 1 ГОСТ 24977.1—81).

Строят характеристическую кривую фотопластинки и по ней находят соответствующие измеренным почернениям значения логарифмов интенсивности $\lg I_{л+ф}$, $\lg I_ф$.

Вычисляют значение $\lg\frac{I_л}{I_ф}$, находят среднее арифметическое результатов, полученных по трем спектрограммам каждого образца сравнения $(\lg\frac{I_л}{I_ф})_{ср}$, и строят градуировочные графики в координатах $\lg\frac{I_л}{I_ф}$, $\lg C$, где C — массовая доля примеси в образце сравнения, %. По

полученным градуировочным графикам находят содержания примесей, соответствующие вычисленным для проб значениям $(\lg\frac{I_л}{I_ф})_{ср}$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке, по двум спектрограммам каждое.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в таблице.

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Расхождение результатов двух параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
Мышьяк	$8 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$
	$1 \cdot 10^{-4}$	$0{,}3 \cdot 10^{-4}$	$0{,}5 \cdot 10^{-4}$
	$3 \cdot 10^{-4}$	$0{,}9 \cdot 10^{-4}$	$1{,}5 \cdot 10^{-4}$
	$1 \cdot 10^{-3}$	$0{,}3 \cdot 10^{-3}$	$0{,}5 \cdot 10^{-3}$
	$2 \cdot 10^{-3}$	$0{,}6 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
Сурьма, ртуть, кадмий	$2 \cdot 10^{-5}$	$0{,}8 \cdot 10^{-5}$	$1{,}4 \cdot 10^{-5}$
	$1 \cdot 10^{-4}$	$0{,}4 \cdot 10^{-4}$	$0{,}7 \cdot 10^{-4}$
	$3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
	$1 \cdot 10^{-3}$	$0{,}4 \cdot 10^{-3}$	$0{,}7 \cdot 10^{-3}$
	$3 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции или по формулам:

для мышьяка:

$d = 0{,}3\ \overline{C}$; $D = 0{,}5\ \overline{\overline{C}}$,

для сурьмы, ртути и кадмия:

$d = 0{,}4\ \overline{C}$; $D = 0{,}7\ \overline{\overline{C}}$,

где $\overline{C}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений;

$\overline{\overline{C}}$ — среднее арифметическое двух результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 24977.1—81 Теллур высокой чистоты. Химико-спектральный метод определения примесей 1
ГОСТ 24977.2—81 Теллур высокой чистоты. Спектральный метод определения примесей 18
ГОСТ 24977.3—81 Теллур высокой чистоты. Спектральный метод определения мышьяка, сурьмы, ртути и кадмия 28

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 16.05.97. Подписано в печать 17.06.97.
Усл. печ. л. 2,09. Уч.-изд. л. 1,95. Тираж 121 экз. С599. Зак. 423.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru