Контрольный экз

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ТЕЛЛУР ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

МЕТОДЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 24977.1-81—ГОСТ 24977.3-81

Издание официальное

БЗ 4—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.777:543.869:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТЕЛЛУР ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Химико-спектральный метод определения примесей

Tellurium high purity. Method of chemical and spectral for the determination of impurities

ГОСТ 24977.1—81*

Взамен ГОСТ 17434—72

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 химико-спектральный метод определения индия, галлия, хрома, свинца, марганца, серебра и меди в теллуре высокой чистоты марки Т-В4 при массовой доле примесей в процентах:

индия	$1 \cdot 10^{-5} — 1 \cdot 10^{-4}$;
галлия	$3 \cdot 10^{-6} — 1 \cdot 10^{-4}$;
хрома	$5 \cdot 10^{-6} — 1 \cdot 10^{-4}$;
свинца	$5 \cdot 10^{-6} — 1 \cdot 10^{-4}$;
марганца	$1 \cdot 10^{-6} — 1 \cdot 10^{-4}$;
серебра	$5 \cdot 10^{-7} — 3 \cdot 10^{-5}$;
меди	$5 \cdot 10^{-7} — 3 \cdot 10^{-5}$.

Метод основан на отделении основной массы теллура в виде двуокиси и спектрографическом анализе полученного концентрата примесей. Коэффициент обогащения находится в пределах от 20 до 25.

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)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1997

Спектральный анализ полученного концентрата проводят по методу «трех эталонов» с применением для испарения примесей и возбуждения спектра дуги переменного тока.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 22306—77 со следующим дополнением, указанным ниже.

1.2. Пробу теллура предварительно истирают в ступке из органического стекла до мелкодисперсного порошка, проходящего через сетку 0,071 мм по ГОСТ 6613—86. Для анализа берут две навески теллура массой по 5 г.

1.3. Расхождения результатов параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) не должны превышать установленных стандартами допускаемых расхождений.

Числовые значения результатов анализа округляют и выражают числом с последней цифрой того же разряда, что и значения соответствующих допускаемых расхождений.

1.4. Контроль правильности выполнения анализа осуществляют по ГОСТ 22306—77 каждый раз при замене партии образцов сравнения, при ремонте установок, после длительных перерывов в работе и других изменениях, влияющих на результат анализа.

1.3, 1.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.5. Для проявления фотопластинок используют метолгидрохиноновый проявитель, состоящий из двух растворов, которые перед проявлением смешивают 1:2.

Раствор I.	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72	до 1 дм^3
	Калий углекислый по ГОСТ 4221—76	60 г
Раствор II.	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72	до 2 дм^3
	Метол по ГОСТ 25664—83	6 г
	Гидрохинон по ГОСТ 19627—74	15 г
	Натрий сернистокислый (безводный) по ГОСТ 195—77	90 г
	Калий бромистый по ГОСТ 4160—74	6 г.

Примечание. Допускается применять контрастный проявитель другого состава.

Фиксаж кислый следующего состава:

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 244—76	500 г
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72	100 г
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72	до 2 дм^3.

1.6. Требования безопасности

1.6.1. Все установки лаборатории спектрального анализа должны быть размещены на расстоянии не менее чем 1,5 м одна от другой. Электрические приборы и установки, используемые при анализах, должны соответствовать правилам устройства электроустановок, ГОСТ 12.2.007.0—75.

Пробы теллура в полиэтиленовой упаковке и реактивы, применяемые для анализа в фабричной упаковке, должны храниться в специальном шкафу или боксе, оборудованном вентиляцией.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.6.2. При использовании и эксплуатации электроприборов и электроустановок в процессе спектрального анализа требуется соблюдать правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденные Госэнергонадзором и ГОСТ 12.3.019—80.

При анализе теллура используются следующие реактивы и материалы, оказывающие вредное действие на организм человека: свинец, хром, медь, индий, марганец, сурьма, ртуть, аммиак, азотная кислота, угольные электроды, при заточке которых образуется углеродсодержащая пыль.

При выполнении анализов необходимо соблюдать основные правила безопасной работы в химических лабораториях.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.6.3. Каждый источник возбуждения спектра должен помещаться внутри приспособления, оборудованного местным отсасывающим устройством для удаления из воздушной среды озона, окислов азота, окислов металлов и окиси углерода, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно действующих на организм работающего, защитным экраном для предотвращения ожога ультрафиолетовыми лучами.

1.6.3.1. Станок, используемый для заточки угольных электродов, должен иметь встроенный вытяжной воздухоприемник для предотвращения попадания углеродосодержащей пыли в воздух рабочей зоны в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.6.3.2. Подготовка проб к анализу (взятие навесок, измельчение, перемешивание с угольным порошком) должна проводиться в вы-

тяжных шкафах или боксах, оборудованных вентиляционным устройством.

1.6.4. При проведении анализа теллура в воздухе рабочей зоны образуются вредные вещества, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Вредные вещества	Класс опасности и вид опасности	Предельно допустимая концентрация, мг/м^3
Теллур	1 — отравление аэрозолями	0,01
Ртуть	1 — отравление парами	0,01/0,005
Свинец	1 — отравление аэрозолями	0,01/0,007
Озон	1 — отравление парами	0,1
Хрома окись	2 — отравление аэрозолями	1
Марганец	» » »	0,3
Сурьма	» » »	0,5—0,2
Азота окислы	2 — отравление парами	5
Углерода пыль	4 — фиброгенное воздействие	6

Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.005—88.

Анализ проб воздуха на содержание вредных веществ осуществляется по техническим условиям на методы определения вредных веществ в воздухе, утвержденным Министерством здравоохранения СССР.

1.6.5. Все остатки металлического теллура, которые не использованы для анализа, должны возвращаться изготовителю (заказчику).

При необходимости утилизации, обезвреживание и уничтожение вредных отходов от производства анализов осуществляется в соответствии с документацией, утвержденной в установленном порядке и согласованной с санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения СССР.

1.6.6. Лаборатория спектрального анализа должна иметь общую приточно-вытяжную вентиляцию и местную вытяжную вентиляцию в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021—75.

Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны вредных веществ, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно действующих на организм работающего, а также для защиты от

электромагнитных излучений и предотвращения ожога ультрафиолетовыми лучами каждый источник возбуждения спектров должен помещаться внутри приспособления, оборудованного встроенным вытяжным воздухоприемником в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021—75 и защитным экраном по ГОСТ 12.1.019—79.

1.6.6.1. Все работы при проведении анализов необходимо выполнять в сухой исправной спецодежде и предохранительных приспособлениях в соответствии с действующими типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим.

Спецодежду необходимо хранить в специальных плотно закрывающихся шкафах, отдельно от собственной одежды, еженедельно сдавая ее в стирку. Вынос спецодежды, а также пребывание в ней за пределами рабочего помещения, запрещаются.

1.6.6.2. Работающие в химической и спектральной лабораториях обеспечиваются молоком в соответствии с правилами бесплатной выдачи молока или других равноценных пищевых продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и в других подразделениях с вредными условиями труда, которое необходимо принимать до или после окончания работы.

1.6.6—1.6.6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.6.6.3. После окончания работы с теллуром необходимо тщательно вымыть руки, не снимая перчаток, а затем снять перчатки и еще раз вымыть руки с мылом и щеткой.

1.6.7. К работе в химических и спектральных лабораториях допускаются лица не моложе 18 лет, обученные основным приемам работы на приборах и электроустановках согласно правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденных Госэнергонадзором СССР, и методам анализа. Поступающие на работу, а также работающие должны проходить: предварительные и периодические медицинские осмотры в соответствии с указаниями Министерства здравоохранения СССР. Предварительное обучение методам работы с вредными веществами и правилам обращения с защитными средствами; специальный инструктаж по технике безопасности с соответствующей записью в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 12.0.004—90.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 (решетка 600 штр./мм, первый порядок) или типа СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Микрофотометр, предназначенный для измерения плотности почернения спектральных линий.

Спектропроектор типа ПС-18.

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.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328—82, пинцеты медицинские из нержавеющей стали по ГОСТ 21241—89.

Боксы из органического стекла.

Лампа инфракрасная с лабораторным автотрансформатором типа ПНО-250—2 или аналогичная.

Электроплитка с терморегулятором.

Посуда кварцевая (стаканы, чашки) по ГОСТ 19908—90.

Чашки выпаривательные из фторопласта вместимостью 100—200 $см^3$.

Аппарат перегонный кварцевый для перегонки реактивов.

Ступка из органического стекла с пестиком.

Электроды из углей особой чистоты по ТУ 48—20—78—75, диаметром 6 мм, размером кратера 3,8 × 4 мм.

Контрэлектроды из углей особой чистоты по ТУ 48—20—78—75, диаметром 6 мм, длиной 30—50 мм, один конец заточен на полусферу или усеченный конус с диаметром площадки 1,5—2 мм.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, при необходимости дважды перегнанная в кварцевом аппарате, и растворы 1:1 и 1:4.

Порошок графитовый особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

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

Спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Аммоний хромовокислый по ГОСТ 3774—76.

Пластинки фотографические ПФС-02, ПФС-03, размером 130 × 180 мм по ТУ 6—43—1475—88.

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

Индий по ГОСТ 10297—94.
Галлий по ГОСТ 12797—77.
Свинец по ГОСТ 3778—77.
Марганец по ГОСТ 6008—90.
Медь по ГОСТ 859—78.
Серебро по ГОСТ 6836—80.
Массовая доля металлов не менее 99,99 %.
Растворы чистых металлов.

Раствор галлия: 0,5 г металла растворяют в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1, раствор доводят до кипения для удаления окислов азота, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,005 г галлия.

Раствор индия: 0,5 г металла растворяют в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1, раствор доводят до кипения, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,005 г индия.

Раствор свинца: 0,5 г металла растворяют в растворе азотной кислоты 1:4, раствор доводят до кипения, охлаждают, переводят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки раствором азотной кислоты 1:1 и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,005 г свинца.

Раствор хрома: 1,4615 г хромовокислого аммония растворяют в 50 $см^3$ воды, переводят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают; раствор используют в день приготовления.

1 $см^3$ раствора содержит 0,005 г хрома.

Раствор марганца: 0,05 г металла растворяют в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1, раствор доводят до кипения, охлаждают, пере-

водят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0005 г марганца.

Раствор меди: 0,05 г металла растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты 1:1, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0005 г меди.

Раствор серебра: 0,05 г серебра растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты 1:3 при слабом нагревании, раствор охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0005 г серебра.

Для приготовления растворов можно использовать окислы, углекислые или азотнокислые соли указанных выше металлов квалификации ч.д.а. или х.ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Двуокись теллура. В кварцевый стакан вместимостью 200 см^3 наливают 100 см^3 раствора азотной кислоты 1:1, подогревают на электроплитке до 40—50 °С и небольшими порциями (500 мг) добавляют навеску теллура массой 15 г. Растворение частиц элементарного теллура каждой порции должно быть полным. Реакция должна протекать непрерывно, для этого раствор слегка подогревают на слабой электроплитке.

Полученный раствор вместе с осадком выпаривают под лампой до получения влажных солей (оставшийся объем кислоты должен быть не менее 3—5 см^3).

К остатку прибавляют 150 см^3 горячей воды, при этом выпадает двуокись теллура. Стакан охлаждают в проточной воде и охлажденный раствор декантируют. Осадок дважды промывают 30 см^3 воды, затем высушивают под лампой до удаления запаха азотной кислоты. Высушенную и тщательно перемешанную двуокись теллура хранят в полиэтиленовой баночке.

Образцы сравнения. Для приготовления основного образца сравнения, содержащего по 0,1 % индия, таллия, хрома, свинца и по 0,01 % марганца, серебра, меди, в кварцевую чашку помещают 5,0 г графитового порошка и накапывают по 1 см^3 указанных растворов.

При введении растворов следят за тем, чтобы раствор, пропитывающий основу, не попадал на стенки и дно чашки. Для этого по мере введения растворов примесей графитовый порошок подсушивают под лампой до исчезновения запаха азотной кислоты.

Полученную смесь тщательно перемешивают в ступке в течение 60 мин. Разбавлением графитовым порошком основного образца сравнения в пять раз, каждого из последующих — в пять или два раза готовят серию рабочих образцов сравнения, которые смешивают с чистой двуокисью теллура 4:1.

Образцы сравнения, смешанные с двуокисью теллура, содержат количества примесей, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Номер образца сравнения	Массовая доля примесей, %	
	Марганец, серебро, медь	Индий, галлий, хром, свинец
1	0,0005	0,005
2	0,0001	0,001
3	0,00005	0,0005
4	0,000025	0,00025
5	0,00001	0,0001

Приготовленные образцы сравнения хранят в полиэтиленовой посуде с плотно закрывающимися крышками.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Пробу теллура предварительно истирают до мелкодисперсного порошка в ступке из органического стекла.

Для анализа берут две навески теллура массой по 5,0 г.

В кварцевые стаканы вместимостью 100 $см^3$ помещают по 30 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1, нагревают до 40—50 °С и высыпают в них навески теллура отдельными порциями (каждая порция приблизительно 500 мг). Каждую порцию добавляют после полного растворения частиц элементарного теллура из предыдущей порции. Реакция должна протекать непрерывно, для чего раствор слегка подогревают на слабонагретой электроплитке.

Каждый из полученных растворов вместе с выпавшим осадком выпаривают под лампой до получения влажных солей, после этого приливают по 50 см^3 горячей воды. При медленном выпаривании кислотность раствора должна быть около 19 г/дм^3 по метиловому фиолетовому (желто-зеленая окраска). Растворы с осадком кипятят 3 мин затем охлаждают в проточной воде в течение 60 мин. Охлажденные растворы декантируют в предварительно взвешенные чашки из фторопласта. Осадки дважды промывают декантацией по 10 см^3 воды. Промывные воды присоединяют к растворам и все выпаривают досуха.

Чашки с сухими остатками взвешивают, определяют массу концентрата и вычисляют коэффициент обогащения (K) по формуле

$$K = \frac{m}{m_1},$$

где m — масса анализируемой пробы, г;

m_1 — масса концентрата, г.

Для проведения контрольного опыта в чашку из фторопласта вместимостью 100 см^3 помещают 200 мг двуокиси теллура, приливают 30 см^3 азотной кислоты, выпаривают до небольшого объема, приливают 70 см^3 воды и выпаривают досуха. Все операции проводят одновременно с приготовлением концентратов. Для каждой серии проб, приготавливаемых одновременно, проводят два контрольных опыта.

Каждый концентрат и концентрат контрольного опыта смешивают с графитовым порошком 4:1. От подготовленных концентратов проб и контрольных опытов, а также образцов сравнения отбирают на торсионных весах навески массой по 40 мг и помещают их в кратеры угольных электродов, уплотняя насыпку набивалкой из органического стекла.

Коэффициент обогащения (K_1) контрольного опыта вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{m}{m_2},$$

где m — масса навески теллура, взятая для анализа, г;

m_2 — масса навески двуокиси теллура, взятая в качестве основы для анализа, г.

Электроды предварительно обжигают в дуге переменного тока

силой 10 А в течение 15 с. От каждого концентрата и образца сравнения готовят по два электрода.

Спектры образцов сравнения и проб фотографируют при помощи дифракционного спектрографа на фотопластинку через трехступенчатый ослабитель при ширине щели спектрографа 0,025 мм. Межэлектродный промежуток 2,5 мм.

Испарение пробы и возбуждение спектров производят в дуге переменного тока силой 12 А. Экспозиция 40 с. На одной фотопластинке фотографируют по два спектра каждого образца сравнения концентрата анализируемой пробы и контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При помощи микрофотометра измеряют почернения линий определяемых элементов ($S_{л+ф}$) и минимальное почернение фона ($S_ф$) около каждой из этих линий (длины волн в нм):

индий InI 303,94;
галлий GaI 294,36;
хром Cr II 283,56;
свинец PbI 283,31;
марганец MnI 279,83;
медь CuI 327,40;
серебро AgI 328,07.

На микрофотометре измеряют плотность почернения линии определяемого элемента в спектрах градуировочных образцов во всех трех ступеньках ослабителя (см. приложения 1—2), строят характеристическую кривую и находят по ней соответствующие измеренным величинам $S_{л+ф}$, $S_ф$ значения $\lg I_{л+ф}$ и $\lg I_ф$. Вычисляют величину $\lg \frac{I_л}{I_ф}$, находят среднее значение $(\lg \frac{I_л}{I_ф})_{ср}$ для двух спектров каждого образца сравнения, концентрата пробы и контрольного опыта. Градуировочные графики строят в координатах $\lg \frac{I_л}{I_ф}$, $\lg C$ и находят по ним содержания примесей в концентратах проб и контрольных опытах.

Массовую долю элемента (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C}{K} - \frac{C_1}{K_1},$$

где C — массовая доля определяемого элемента в концентрате анализируемой пробы, %;

C_1 — массовая доля определяемого элемента в контрольном опыте, %;

K — коэффициент обогащения;

K_1 — коэффициент обогащения контрольного опыта.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. Расхождения результатов двух параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей примесей рассчитывают методом линейной интерполяции или по формулам для индия, меди, хрома и свинца:

$d = 0{,}4\ \overline{C}$; $D = \overline{\overline{C}}$ — в диапазоне массовых долей от $5 \cdot 10^{-7}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ %;

$d = 0{,}3\ \overline{C}$; $D = 0{,}6\ \overline{\overline{C}}$ — в диапазоне массовых долей от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %;

для марганца:

$d = 0{,}5\ \overline{C}$; $D = \overline{\overline{C}}$ — в диапазоне массовых долей от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ %;

для серебра:

$d = 0{,}4\ \overline{C}$; $D = 0{,}6\ \overline{\overline{C}}$ — в диапазоне массовых долей от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %,

$d = 0{,}4\ \overline{C}$; $D = \overline{\overline{C}}$ — в диапазоне массовых долей от $3 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ %,

$d = 0{,}3\ \overline{C}$; $D = 0{,}6\ \overline{\overline{C}}$ — в диапазоне массовых долей от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %;

для таллия:

$d = 0{,}5\ \overline{C}$; $D = \overline{\overline{C}}$ — в диапазоне массовых долей от $3 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ %,

$d = 0{,}4\ \overline{C}$; $D = 0{,}5\ \overline{\overline{C}}$ — в диапазоне массовых долей от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %,

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

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

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Расхождение результатов двух параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
Индий, медь, хром, свинец	$5 \cdot 10^{-7}$ $1 \cdot 10^{-6}$ $5 \cdot 10^{-6}$ $1 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-7}$ $0{,}4 \cdot 10^{-6}$ $2 \cdot 10^{-6}$ $0{,}3 \cdot 10^{-5}$ $1{,}5 \cdot 10^{-5}$ $0{,}3 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-7}$ $1 \cdot 10^{-6}$ $5 \cdot 10^{-6}$ $0{,}6 \cdot 10^{-5}$ $3 \cdot 10^{-5}$ $0{,}6 \cdot 10^{-4}$
Марганец	$1 \cdot 10^{-6}$ $5 \cdot 10^{-6}$ $1 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	$0{,}5 \cdot 10^{-6}$ $3 \cdot 10^{-6}$ $0{,}4 \cdot 10^{-5}$ $2 \cdot 10^{-5}$ $0{,}4 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10—6$ $5 \cdot 10^{-6}$ $0{,}6 \cdot 10^{-5}$ $3 \cdot 10^{-5}$ $0{,}6 \cdot 10^{-4}$
Серебро	$5 \cdot 10^{-7}$ $1 \cdot 10^{-6}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-7}$ $0{,}4 \cdot 10^{-6}$ $1{,}5 \cdot 10^{-5}$ $0{,}3 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-7}$ $1 \cdot 10^{-6}$ $3 \cdot 10^{-5}$ $0{,}6 \cdot 10^{-4}$
Таллий	$3 \cdot 10^{-6}$ $1 \cdot 10^{-5}$ $3 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-6}$ $0{,}4 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-5}$ $0{,}4 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-6}$ $0{,}6 \cdot 10^{-5}$ $2 \cdot 10^{-5}$ $0{,}6 \cdot 10^{-4}$

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

ПОСТРОЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИЧЕСКОЙ КРИВОЙ ФОТОПЛАСТИНКИ ПО СПЕКТРАМ ОБРАЗЦОВ СРАВНЕНИЯ, СНЯТЫМ ЧЕРЕЗ ТРЕХСТУПЕНЧАТЫЙ ОСЛАБИТЕЛЬ

На фотометре измеряют почернение линии определяемого элемента в спектрах образцов сравнения во всех трех ступеньках ослабителя. Обозначают условно эти ступеньки как 100, 50 и 10 %. Вычисляют разность почернений линий в 100 и 50 %-ной ступеньках ΔS_{100-50}. Для тех спектров, в которых две ступеньки ослабления лежат в области нормальных почернений, эта разность является постоянной величиной, равной $\Delta S_{100-50} = \gamma \Delta \lg I_{100-50}$, где γ — фактор контрастности фотопластинки $\Delta \lg I_{100-50}$ — разность пропускаемости ступенек ослабителя (по паспорту).

Оси координат наносят на миллиметровой бумаге, откладывая по оси ординат почернения в масштабе 1 мм=0,01 единицы, начиная от S=0.

Вычисляют среднее из пяти-шести значений разности почернений между 100 и 50 %-ными ступеньками для области нормальных почернений $(\Delta S_{100-50})_{ср}$.

Точку *1* находят с произвольно выбранной абсциссой и ординатой, равной почернению начала прямолинейного участка характеристической кривой (S приблизительно 0,50 для пластинок типа ЭС). От точки *1* отсчитывают вправо число миллиметров, равное разности пропускаемости 100 и 50 %-ных ступенек ослабителя — $\Delta \lg I_{100-50}$ (по паспорту ослабителя), умноженной на 100, и ставят точку *2*.

От полученной точки *2* откладывают вверх число миллиметров, равное средней величине разности почернений $(\Delta S_{100-50})_{ср}$, умноженное на 100, и ставят точку *3*.

Полученную точку *3* соединяют прямой линией с точкой *1* и продолжают прямую до S=1,80. Эта прямая соответствует области нормальных почернений характеристической кривой.

В тех случаях, когда почернение линий в 100 %-ной ступеньке слишком велико, вместо разности между 100 и 50 %-ной ступеньками построение проводят по разности между 50 и 10 %-ной ступеньками.

Для построения области недодержек используют спектры, в которых одна из ступенек лежит в нормальной области, а вторая — в области недодержек.

Находят для одного спектра на прямолинейном участке характеристической кривой точку, ордината которой равна почернению линии в 100 %-ной (или 50 %-ной) ступеньке. От этой точки отсчитывают влево число милли-

метров, равное разности пропускаемости ступенек ослабителя, умноженной на 100, и для этой абсциссы находят точку с ординатой, равной почернению той же линии в более ослабленной ступеньке.

Так поступают со всеми измеренными почернениями. Полученные точки соединяют плавной кривой с началом прямолинейного участка.

На оси абсцисс наносят значения $\lg I$ в масштабе 1 мм = 0,01 единицы, начиная от произвольно выбранного начала координат.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

ПОЯСНЕНИЕ К РАСЧЕТУ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ ПОМОЩИ ТАБЛИЦ ДЛЯ УЧЕТА ФОНА

По характеристической кривой фотопластинки находят для измеренных почернений линий вместе с фоном $S_{л+ф}$ и фона $S_ф$ соответствующие им значения $\lg I_{л+ф}$ и $\lg I_ф$.

Вычитая из величины $\lg I_{л+ф}$ соответствующую величину $\lg I_ф$ находят $\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$. По таблице, для каждой величины $\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$, помещенной в первой колонке, находят соответствующее ей во второй колонке значение $\lg \frac{I_л}{I_ф}$.

Величины $\lg \frac{I_л}{I_ф}$, соответствующие вычисленным значениям $\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$

$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$	$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$	$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$	$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$	$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
—	—	0,20	−0,23	0,40	0,18	0,60	0,47	0,80	0,72
0,01	−1,63	0,21	−0,21	0,41	0,20	0,61	0,49	0,81	0,74
0,02	−1,33	0,22	−0,18	0,42	0,21	0,62	0,50	0,82	0,75
0,03	−1,15	0,23	−0,16	0,43	0,23	0,63	0,51	0,83	0,76
0,04	−1,02	0,24	−0,13	0,44	0,24	0,64	0,53	0,84	0,77
0,05	−0,91	0,25	−0,11	0,45	0,26	0,65	0,54	0,85	0,78
0,06	−0,83	0,26	−0,09	0,46	0,28	0,66	0,55	0,86	0,80
0,07	−0,76	0,27	−0,06	0,47	0,29	0,67	0,57	0,87	0,81
0,08	−0,69	0,28	−0,04	0,48	0,31	0,68	0,58	0,88	0,82
0,09	−0,64	0,29	−0,02	0,49	0,32	0,69	0,59	0,89	0,83
0,10	−0,59	0,30	0,00	0,50	0,34	0,70	0,60	0,90	0,84
0,11	−0,54	0,31	0,02	0,51	0,35	0,71	0,62	0,91	0,85
0,12	−0,50	0,32	0,04	0,52	0,36	0,72	0,63	0,92	0,86
0,13	−0,46	0,33	0,06	0,53	0,38	0,73	0,64	0,93	0,88
0,14	−0,42	0,34	0,08	0,54	0,39	0,74	0,65	0,94	0,89
0,15	−0,38	0,35	0,09	0,55	0,41	0,75	0,67	0,95	0,90
0,16	−0,35	0,36	0,11	0,56	0,42	0,76	0,68	0,96	0,91
0,17	−0,32	0,37	0,13	0,57	0,43	0,77	0,69	0,97	0,92
0,18	−0,29	0,38	0,15	0,58	0,45	0,78	0,70	0,98	0,93
0,19	−0,26	0,39	0,16	0,59	0,46	0,79	0,71	0,99	0,94

Окончание

$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$	$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$	$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$	$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$	$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф}$	$\lg \frac{I_л}{I_ф}$
11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1,00	0,95	1,20	1,17	1,40	1,38	1,60	1,59	1,80	1,79
1,01	0,96	1,21	1,18	1,41	1,39	1,61	1,60	1,81	1,80
1,02	0,98	1,22	1,19	1,42	1,40	1,62	1,61	1,82	1,81
1,03	0,99	1,23	1,20	1,43	1,41	1,63	1,62	1,83	1,82
1,04	1,00	1,24	1,21	1,44	1,42	1,64	1,63	1,84	1,83
1,05	1,01	1,25	1,22	1,45	1,43	1,65	1,64	1,85	1,84
1,06	1,02	1,26	1,23	1,46	1,45	1,66	1,65	1,86	1,85
1,07	1,03	1,27	1,24	1,47	1,46	1,67	1,66	1,87	1,86
1,08	1,04	1,28	1,25	1,48	1,47	1,68	1,67	1,88	1,87
1,09	1,05	1,29	1,26	1,49	1,48	1,69	1,68	1,89	1,88
1,10	1,06	1,30	1,28	1,50	1,49	1,70	1,69	1,90	1,89
1,11	1,08	1,31	1,29	1,51	1,50	1,71	1,70	1,91	1,90
1,12	1,09	1,32	1,30	1,52	1,51	1,72	1,71	1,92	1,92
1,13	1,10	1,33	1,31	1,53	1,52	1,73	1,72	1,93	1,93
1,14	1,11	1,34	1,32	1,54	1,53	1,74	1,73	1,94	1,94
1,15	1,12	1,35	1,33	1,55	1,54	1,75	1,74	1,95	1,95
1,16	1,13	1,36	1,34	1,56	1,55	1,76	1,75	1,96	1,96
1,17	1,14	1,37	1,35	1,57	1,56	1,77	1,76	1,97	1,97
1,18	1,15	1,38	1,36	1,58	1,57	1,78	1,77	1,98	1,98
1,19	1,15	1,38	1,36	1,58	1,57	1,79	1,78	1,99	1,99

gost.e-ecolog.ru