МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 9816.4— 2014

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод спектрального анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 30 мая 2014 г. № 67–П)

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	Минэкономразвития Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 ноября 2014 г. № 1776-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9816.4–2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2015 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 9816.4–84

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», 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

© Стандартинформ, 2015

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

Поправка к ГОСТ 9816.4—2014 Теллур технический. Метод спектрального анализа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 5.1.1 Таблица 6. Графа «Длина волны, нм.» для:		
Медь	327,395	327,396
Свинец	330,237	283,305
Кремний	283,305	288,158
Натрий	288,158	330,237

(ИУС № 1 2019 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод спектрального анализа

Tellurium technical.
Method of spectral analysis

Дата введения – 2015–09–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектральный эмиссионный метод измерений с фотоэлектрической регистрацией спектров массовой доли меди, железа, свинца, натрия, селена, кремния, алюминия, серебра, никеля в техническом теллуре в диапазоне массовых долей, представленных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Определяемый компонент	Диапазон массовых долей определяемого компонента
Медь	От 0,00002 до 0,030 включ.
Железо	От 0,00004 до 0,10 включ.
Свинец	От 0,00004 до 0,10 включ.
Натрий	От 0,002 до 0,10 включ.
Селен	От 0,0004 до 0,060 включ.
Кремний	От 0,0005 до 0,10 включ.
Алюминий	От 0,0001 до 0,10 включ.
Серебро	От 0,00002 до 0,00050 включ.
Никель	От 0,00004 до 0,00020 включ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4217–77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 11125–84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 9816.0–84 Теллур технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 16273.0–82 Селен технический. Общие требования к методу спектрального анализа

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19908–90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 23463–79 Графит порошковый особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104–2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228–2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ ИСО 5725-6–2003* 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 по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли меди, серебра, никеля, свинца, натрия, алюминия, железа, кремния, селена соответствует характеристикам, приведенным в таблицах 2,3 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблицах 2,3.

Таблица 2 – Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли меди, серебра, никеля, свинца, натрия, алюминия, железа, кремния, селена при доверительной вероятности $P = 0,95$ (при массовой доле теллура от 99,95 % и более)

В процентах

Наименование определяемого компонента, диапазон измерений	Показатель точности, $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости, r (n=2)	воспроизводимости, R
медь От 0,00002 до 0,0030 включ.	0,3 $\overline{X}$	0,3 $\overline{X}$	0,5 $\overline{X}$
серебро От 0,00002 до 0,00050 включ.			
никель От 0,00004 до 0,00020 включ.			
свинец От 0,00004 до 0,0010 включ.			
натрий От 0,002 до 0,010 включ.	0,3 $\overline{X}$	0,3 $\overline{X}$	0,5 $\overline{X}$
алюминий От 0,0001 до 0,0010 включ.	0,4 $\overline{X}$	0,4 $\overline{X}$	0,7 $\overline{X}$
железо От 0,00004 до 0,0010 включ.			
кремний От 0,0005 до 0,0020 включ.			
селен От 0,0004 до 0,0050 включ. Св. 0,005 » 0,060 »	0,4 $\overline{X}$	0,4 $\overline{X}$ 0,3 $\overline{X}$	0,6 $\overline{X}$ 0,5 $\overline{X}$

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Таблица 3 – Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли меди, свинца, натрия, алюминия, железа, кремния, селена при доверительной вероятности $P = 0,95$ (при массовой доле теллура от 96,5 % до 99,95 %)

В процентах

Компонент	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности, $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости, r (n=2)	воспроизводимости, R
медь	От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0003	0,0006
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0007	0,0012
	» 0,003 » 0,010 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,010 » 0,030 »	0,007	0,005	0,012
свинец	От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0004	0,0006
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0008	0,0012
	» 0,003 » 0,010 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,010 » 0,030 »	0,007	0,007	0,012
	» 0,03 » 0,10 »	0,02	0,02	0,03
натрий	От 0,005 до 0,010 включ.	0,003	0,002	0,005
	Св. 0,010 » 0,030 »	0,008	0,007	0,013
	» 0,03 » 0, 10 »	0,02	0,02	0,03
алюминий	От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0003	0,0006
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0007	0,0007	0,0012
	» 0,003 » 0,010 »	0,002	0,002	0,004
	» 0,010 » 0,030 »	0,007	0,006	0,011
	» 0,03 » 0,10 »	0,02	0,02	0,03
железо	От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0003	0,0006
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0008	0,0013
	» 0,003 » 0,010 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,010 » 0,030 »	0,006	0,007	0,010
	» 0,03 » 0,10 »	0,02	0,02	0,03
кремний	От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0004	0,0003	0,0006
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0007	0,0012
	» 0,003 » 0,010 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,010 » 0,030 »	0,007	0,007	0,012
	» 0,03 » 0,10 »	0,02	0,02	0,03
селен	От 0,005 до 0,010 включ.	0,003	0,003	0,004
	Св. 0,010 » 0,030 »	0,005	0,003	0,007
	» 0,030 » 0,060 »	0,012	0,007	0,019

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- дифракционный спектрометр типа МФС с анализатором МАЭС;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева от 100 °С до 105 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- приспособление для заточки угольных электродов, например, станок модели КП-35 или УЗС-6;
- бокс из органического стекла;
- ступку из органического стекла;
- электроды графитовые особой чистоты по [1], марки не ниже ЕС 12, диаметром от 6 мм, длиной 35–55 мм:
  1) заточенные на конус;
  2) с кратером диаметром 4 мм и глубиной 4 мм;
  3) с кратером диаметром 4 мм и глубиной 8 мм;
- пинцет из нержавеющей стали;
- колбы мерные 2–50–2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2–100–13/23ТХС по ГОСТ 25336;

- чашку кварцевую по ГОСТ 19908;
- пипетки 1–2–2–1, 1–2–2–2, 1–2–2–5, 1–2–2–10 по ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:
- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125 или кислоту азотную по ГОСТ 4461 (перегнанную);
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- калий азотнокислый по ГОСТ 4217;
- спирт этиловый по ГОСТ 18300. Расход спирта на одно определение – 10 г;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233
- графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463;
- алюминия оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- железа (III) оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- меди оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- мышьяка (III) оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- висмута оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- свинца оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- кремния (IV) оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- государственные стандартные образцы состава растворов ионов серебра, алюминия, меди, железа, никеля, свинца, кремния и натрия массовой концентрации 1 г/дм^3;
- селен элементарный по [2];
- теллур металлический особой чистоты по [3].

Примечания

1 Допускается применение иных 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 методике измерений.

5 Метод измерений

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий определяемых компонентов при сжигании образца из кратера угольного электрода.

5.1 Подготовка к выполнению измерений

5.1.1 Подготовка прибора к измерению

Прибор подготавливают к выполнению измерений в соответствии с требованиями действующей инструкции по эксплуатации спектрометра. Устанавливают рабочие параметры измерений в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4

Наименование параметра измерений, единицы измерений	Параметры показателей измерений, значение
	Спектрометр МФС с анализатором МАЭС
Источник возбуждения спектра	Дуга постоянного тока силой от 6 до 8 А
Электроды	Катод – графитовый электрод, заполненный пробой Анод – графитовый электрод, заточенный на конус
Диафрагма, мм	3,2
Ширина щели спектрометра, мм	0,015
Экспозиция накопления, мс	250
Время экспозиции №1, с	40
Время экспозиции № 2, с	30
Примечание – Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от технических характеристик используемого спектрометра.	

Аналитические линии определяемых компонентов, свободные от спектральных наложений №1 представлены в таблице 5.

Таблица 5

Определяемый компонент	Длина волны, нм
Серебро	338,298
Алюминий	308,215
Медь	327,396
Железо	302,064
Натрий	330,237
Никель	303,793
Свинец	283,305
Селен	206,279
Кремний	288,158
Примечание – Допускается применение других длин волн при условии обеспечения метрологических характеристик, приведенных в настоящем стандарте.	

Аналитические линии определяемых компонентов, свободные от спектральных наложений №2 представлены в таблице 6.

Таблица 6

Определяемый компонент	Длина волны, нм
Алюминий	308,215
Медь	327,395
Железо	302,064
Свинец	330,237
Кремний	283,305
Натрий	288,158
Селен	206,279 196,027 203,985
Примечание – Допускается применение других длин волн при условии обеспечения метрологических характеристик, приведенных в настоящем стандарте.	

5.1.2 Спектрометр градуируют при создании метода с использованием образцов сравнения состава теллура с каждой серией проб – строят зависимость интенсивности аналитической линии от массовой доли для каждого определяемого компонента.

При дальнейшей работе выполняют корректировку градуировочных характеристик в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

5.1.3 Графитовые электроды с кратером и «на конус» вытачивают на заточном станке в соответствии с действующей инструкцией по эксплуатации.

5.1.4 Подготовка образцов сравнения

5.1.4.1 Образцы сравнения готовят в соответствии с приложением А.

5.1.4.2 Комплект образцов сравнения состава теллура №1 (при массовой доле теллура от 99,95 % и выше)

Значения массовой доли алюминия, железа, меди, никеля, свинца, серебра, кремния, натрия и селена в образцах сравнения состава теллура Тл – 1-8 ÷ Тл – 1-1, представлены в таблице 7.

Таблица 7

В процентах

Определяемый компонент	Обозначение образца сравнения массовая доля							
	Тл−1-8	Тл−1-7	Тл−1-6	Тл−1-5	Тл−1-4	Тл−1-3	Тл−1-2	Тл−1-1
серебро алюминий медь железо	0,004	0,002	0,001	0,0005	0,0002	0,0001	0,00004	0,00002
никель свинец	0,004	0,002	0,001	0,0005	0,0002	0,0001	0,00004	0,00002
кремний натрий селен	0,04	0,02	0,01	0,005	0,002	0,001	0,0004	-

5.1.4.3 Комплект образцов сравнения состава теллура №2 (при массовой доле теллура от 96,5 % до 99,95%)

Значения массовой доли алюминия, меди, железа, свинца, кремния, натрия и селена в образцах сравнения состава селена Тл – 2-8 ÷ Тл – 2-1, представлены в таблице 8.

Таблица 8

В процентах

Наименование определяемого компонента	Обозначение образца сравнения							
	массовая доля							
	Тл–2-8	Тл–2-7	Тл-2-6	Тл-2-5	Тл-2-4	Тл-2-3	Тл-2-2	Тл-2-1
алюминий медь железо свинец кремний натрий селен	0,1	0,05	0,02	0,01	0,005	0,002	0,001	0,0005

5.1.5 Приготовление буферной смеси

Навески графита порошкового массой 4,889 г и оксида висмута массой 0,111 г помещают в ступку, перемешивают с применением этилового спирта из расчета от 1,0 до 1,5 $см^3$ на 1 г смеси до высушивания и выдерживают в течение 1 час в муфельной печи при температуре от 100 °С до 105 °С. От смеси берут навеску массой 0,500 г, помещают в ступку, прибавляют 0,517 г нитрата калия, 3.983 г графита порошкового и перемешивают с применением этилового спирта из расчета от 1,0 до 1,5 $см^3$ на 1 г смеси до высушивания и выдерживают в течение 1 час в муфельной печи при температуре от 100 °С до 105 °С. Буферная смесь содержит 0,2 % висмута и 4,0 % калия. Смесь устойчива в течение трех лет.

Примечание – Допускается изменение массы навески компонентов при условии содержания в буферной смеси 0,2 % висмута и 4,0 % калия.

5.2 Выполнение измерений

5.2.1 Общие требования к методу измерений в соответствии с ГОСТ 16273.0.

5.2.2 Массовую долю примесей в пробе и образце для контроля определяют параллельно из двух навесок, снимая по три единичных измерения от каждой навески.

5.2.3 Измерение массовой доли компонентов в техническом теллуре с массовой долей теллура от 99,95 % и выше.

Пробы смешивают с графитом порошкообразным в соотношении 4:1, (0,8 г пробы, 0,2 г графита) в ступке из органического стекла.

Подготовленными пробами и образцами сравнения №1 набивают кратеры графитовых электродов диаметром 4 мм и глубиной 8 мм методом погружения.

5.2.4 Измерение массовой доли компонентов в техническом теллуре с массовой долей теллура от 96,5 % и до 99,95 %.

Пробы смешивают с буферной смесью в соотношении 1:1, (0,4 г пробы, 0,4 г буферной смеси) в ступке из органического стекла.

Подготовленными пробами и образцами сравнения №2 набивают кратеры графитовых электродов диаметром 4 мм и глубиной 4 мм методом погружения.

Примечание – Допускается изменение массы навески проб и буферной смеси при сохранении соотношения 1:1.

5.2.5 Одновременно через все стадии подготовки проб к измерениям проводят контрольный опыт на чистоту реактивов и материалов.

Примечание – Массовая доля определяемых компонентов холостого опыта не должна превышать нижнюю границу диапазона определяемых содержаний.

5.2.6 Выполнение измерений массовых долей примесей в пробах проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Обработку результатов измерений проводят с помощью программного обеспечения по заданной программе и представляют их в виде массовых долей определяемых компонентов.

5.3.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое 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 таблицах 2 и 3.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

5.3.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблицах 2 и 3. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6.

Приложение А
(рекомендуемое)

Приготовление образцов сравнения состава теллура

А.1 Приготовление образцов сравнения №1 состава теллура

А.1.1 *Для приготовления основного раствора* состава селена навеску селена массой 1,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают от 6 до 10 см^3 смеси соляной и азотной кислот 3:1 и растворяют при нагревании, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

А.1.2 Для приготовления смеси состава графита порошкового Гр – 1-А с массовой долей алюминия, железа, меди, никеля, свинца, серебра 0,02 %, кремния, селена и натрия 0,2 % в кварцевую чашку помещают навеску графита и аликвотные части ГСО состава раствора ионов алюминия, железа, меди, никеля, свинца, серебра и кремния и основного раствора состава селена в соответствии с таблицей А.1. Полученную смесь высушивают, помещают в ступку, прибавляют хлорид натрия (таблица А.1) и перемешивают с применением этилового спирта из расчета от 1,0 до 1,5 см^3 на 1 г смеси до высушивания и выдерживают в сушильном шкафу в течение часа при температуре от 100 °С до 105 °С.

Таблица А.1

Компоненты смеси	Масса навески, г	Массовая концентрация, мг/ см^3	Объем аликвотной части ГСО, см^3	Массовая доля, %
ГСО состава раствора ионов определяемых компонентов:				
алюминия	–	1,0	2,0	0,02
железа	–	1,0	2,0	0,02
меди	–	1,0	2,0	0,02
никеля	–	1,0	2,0	0,02
свинца	–	1,0	2,0	0,02
серебра	–	1,0	2,0	0,02
кремния	–	1,0	20,0	0,2
Основной раствор состава селена	–	20,0	1,0	0,2
Натрий хлорид	0,051	–	–	0,2
Графит порошковый	9,897	–	–	–

Примечания

1 Графит порошковый вводят как основное вещество, аттестованное значение не устанавливают.

2 Допускается изменять массу, объем и массовую концентрацию компонентов смеси, при условии соблюдения установленных значений массовой доли определяемых компонентов.

А.1.3 Приготовление образцов сравнения состава теллура Тл–1-8 ÷ Тл –1-1 проводят в два этапа.

- готовят смеси состава графита Гр–8 ÷ Гр –1;
- каждую из приготовленных смесей состава графита смешивают с четырехкратным по массе количеством теллура.

А.1.3.1 Серию смесей состава графита Гр –8 ÷ Гр –1 готовят методом последовательного разбавления основной смеси Гр – 1-А графитом порошковым. Навески смеси, принятых за основную и графита порошкового, согласно таблице А.2, помещают в ступку и перемешивают с применением этилового спирта из расчета от 1 до 1,5 см^3 на 1 г смеси до высушивания и выдерживают в сушильном шкафу в течение часа при температуре от 100 °С до 105 °С. Значения массовой доли алюминия, железа, меди, никеля, свинца, серебра, кремния, натрия, селена в серии смесей состава графита порошкового Гр –8 ÷ Гр –1 представлены в таблице А.2.

Таблица А.2

Обозначение смеси состава графита	Характеристика смеси состава графита	Обозначение основной смеси состава графита	Масса навески основной смеси состава графита, г	Масса навески графита, г	Массовая доля компонента в приготовленной смеси состава графита, %
Гр-8	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-1-А	16,000	4,000	0,016 0,016 0,016 0,016 0,016 0,016 0,16 0,16 0,16
Гр-7	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-8	10,000	10,000	0,008 0,008 0,008 0,008 0,008 0,008 0,08 0,08 0,08
Гр-6	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-7	9,500	9,500	0,004 0,004 0,004 0,004 0,004 0,004 0,04 0,04 0,04
Гр-5	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-6	9,000	9,000	0,002 0,002 0,002 0,002 0,002 0,002 0,02 0,02 0,02
Гр-4	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-5	8,000	12,000	0,0008 0,0008 0,0008 0,0008 0,0008 0,0008 0,008 0,008 0,008

Окончание таблицы А.2

Обозначение смеси состава графита	Характеристика смеси состава графита	Обозначение основной смеси состава графита	Масса навески основной смеси состава графита г	Масса навески графита г	Массовая доля компонента в приготовленной смеси состава графита, %
Гр–3	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр–4	8,000	8,000	0,0004 0,0004 0,0004 0,0004 0,0004 0,0004 0,004 0,004 0,004
Гр–2	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр–3	6,000	9,000	0,00016 0,00016 0,00016 0,00016 0,00016 0,00016 0,0016 0,0016 0,0016
Гр–1	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр–2	5,000	5,000	0,00008 0,00008 0,00008 0,00008 0,00008 0,00008 0,0008 0,0008 0,0008

А.1.3.2 Серию образцов сравнения состава теллура Тл – 1-8 ÷ Тл –1-1 готовят методом разбавления каждой из приготовленных смесей состава графита четырехкратным по массе количеством теллура. Навески смеси состава графита и теллура (в соответствии с таблицей А.3) помещают в ступку и перемешивают с применением этилового спирта из расчета от 1 до

1,5 $см^3$ на 1 г смеси до высушивания и выдерживают в сушильном шкафу в течение часа при температуре от 100 °С до 105 °С.

Значения массовой доли алюминия, железа, меди, никеля, свинца, серебра, кремния, натрия, селена в образцах сравнения состава теллура Тл –1-8 ÷ Тл –1-1 представлены в таблице А.3.

Таблица А.3

Обозначение образца сравнения состава теллура	Характеристика образца сравнения состава теллура	Обозначение основной смеси состава графита	Масса навески основной смеси состава графита, г	Масса навески теллура, г	Массовая доля компонента в образце сравнения состава теллура, %
Тл-1-8	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-8	3,000	12,000	0,004 0,004 0,004 0,004 0,004 0,004 0,04 0,04 0,04
Тл-1-7	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-7	3,000	12,000	0,002 0,002 0,002 0,002 0,002 0,002 0,02 0,02 0,02
Тл-1-6	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-6	3,000	12,000	0,001 0,001 0,001 0,001 0,001 0,001 0,01 0,01 0,01
Тл-1-5	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-5	3,000	12,000	0,0005 0,0005 0,0005 0,0005 0,0005 0,0005 0,005 0,005 0,005
Тл-1-4	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр-4	3,000	12,000	0,0002 0,0002 0,0002 0,0002 0,0002 0,0002 0,002 0,002 0,002

Окончание таблицы А.3

Обозначение образца сравнения состава теллура	Характеристика образца сравнения состава теллура	Обозначение основной смеси состава графита	Масса навески основной смеси состава графита г	Масса навески теллура, г	Массовая доля компонента в образце сравнения состава теллура, %
Тл–1-3	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр–3	3,000	12,000	0,0001 0,0001 0,0001 0,0001 0,0001 0,0001 0,001 0,001 0,001
Тл–1-2	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр–2	3,000	12,000	0,00004 0,00004 0,00004 0,00004 0,00004 0,00004 0,0004 0,0004 0,0004
Тл–1-1	Массовая доля алюминия Массовая доля железа Массовая доля меди Массовая доля никеля Массовая доля свинца Массовая доля серебра Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Гр–1	3,000	12,000	0,00002 0,00002 0,00002 0,00002 0,00002 0,00002 0,0002 0,0002 0,0002

Массовую долю компонентов в теллуре определяют методом добавок и прибавляют к расчетному содержанию примесей в образцах сравнения.

А.2 Приготовление образцов сравнения №2 состава теллура

А.2.1 Для приготовления основного образца состава теллура Тл – 2-А с массовой долей алюминия, меди, железа, свинца, кремния, натрия и селена 1,0 % в ступку помещают навески компонентов и аликвотную часть раствора селена, согласно таблице А.4. Смесь перемешивают с применением спирта этилового из расчета от 1,0 до 1,5 $см^3$ на 1 г смеси до высушивания и выдерживают в сушильном шкафу в течение часа при температуре от 100 °С до 105 °С.

Таблица А.4

Наименование реактива	Химическая формула	Масса навески, г	Массовая концентрация, $мг/см^3$	Объем аликвотной части ГСО, $см^3$	Массовая доля, %
Алюминия оксид	Al_2O_3	0,189	-	-	1,0
Меди оксид	CuO	0,125	-	-	1,0
Железа оксид	Fe_2O_3	0,143	-	-	1,0
Свинца оксид	PbO	0,108	-	-	1,0
Кремний (IV) оксид	SiO_2	0,214	-	-	1,0
Натрия хлорид	NaCl	0,254	-	-	1,0
Основной раствор состава селена	-	-	20,0	5,0	1,0

Окончание таблицы А.4

Наименование реактива	Химическая формула	Масса навески, г	Массовая концентрация, мг/см^3	Объем аликвотной части ГСО, см^3	Массовая доля, %
Теллур металлический	Te	8,967			-

Примечания

1 Теллур металлический вводится как основное вещество, аттестованное значение не устанавливается;

2 Допускается изменять массу, объем и массовую концентрацию компонентов, при условии соблюдения установленных значений массовой доли определяемых компонентов.

Срок годности основного образца состава теллура Тл – 2-А один год.

А.2.2 Серию образцов сравнения состава теллура Тл – 2-8 ÷ Тл – 2-1 готовят методом последовательного разбавления образца Тл – 2-А теллуром металлическим. Навески образца сравнения (принятого за основной) и теллура, согласно таблице А.5, помещают в ступку и перемешивают с применением спирта этилового из расчета от 1,0 до 1,5 см^3 на 1 г смеси до высушивания и выдерживают в сушильном шкафу в течение часа при температуре от 100 °С до 105 °С.

Таблица А.5

Индекс приготовленной основной смеси	Характеристика образца сравнения состава теллура	Индекс основной смеси	Масса навески основной смеси, г	Масса навески теллура, г	Массовая доля образца сравнения состава теллура, %
Тл – 2-8	Массовая доля алюминия Массовая доля меди Массовая доля железа Массовая доля свинца Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Тл – 2-А	2,000	18,000	0,1 0,1 0,1 0,1 0,1 0,1 0,1
Тл – 2-7	Массовая доля алюминия Массовая доля меди Массовая доля железа Массовая доля свинца Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Тл – 2-8	9,000	9,000	0,05 0,05 0,05 0,05 0,05 0,05 0,05
Тл – 2-6	Массовая доля алюминия Массовая доля меди Массовая доля железа Массовая доля свинца Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Тл – 2-7	8,000	12,000	0,02 0,02 0,02 0,02 0,02 0,02 0,02
Тл – 2-5	Массовая доля алюминия Массовая доля меди Массовая доля железа Массовая доля свинца Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Тл – 2-6	9,500	9,500	0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01 0,01

Окончание таблицы А.5

Индекс приготовленной основной смеси	Характеристика образца сравнения состава теллура	Индекс основной смеси	Масса навески основной смеси, г	Масса навески теллура, г	Массовая доля образца сравнения состава теллура, %
Тл – 2-4	Массовая доля алюминия Массовая доля меди Массовая доля железа Массовая доля свинца Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Тл – 2-5	9,000	9,000	0,005 0,005 0,005 0,005 0,005 0,005 0,005
Тл – 2-3	Массовая доля алюминия Массовая доля меди Массовая доля железа Массовая доля свинца Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Тл – 2-4	8,000	12,000	0,002 0,002 0,002 0,002 0,002 0,002 0,002
Тл – 2-2	Массовая доля алюминия Массовая доля меди Массовая доля железа Массовая доля свинца Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Тл – 2-3	7,500	7,500	0,001 0,001 0,001 0,001 0,001 0,001 0,001
Тл – 2-1	Массовая доля алюминия Массовая доля меди Массовая доля железа Массовая доля свинца Массовая доля кремния Массовая доля натрия Массовая доля селена	Тл – 2-2	5,000	5,000	0,0005 0,0005 0,0005 0,0005 0,0005 0,0005 0,0005

Срок годности образцов сравнения один год.

Библиография

[1] Технические условия ТУ 3497-001-51046676–01 — Электроды графитовые особой чистоты

[2] Технические условия ТУ 6-09-2521–77 — Селен элементарный марки ОСЧ 22-4, ОСЧ 17-4, ОСЧ 17-3

[3] Технические условия ТУ 48-0515-028–89 — Теллур металлический особой чистоты марки экстра

УДК 661.692:543.06:006.354 МКС 77.120.99

Ключевые слова: теллур технический, результаты измерений, погрешность измерений, средства измерений, обработка результатов измерений

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 2,33. Тираж 34 экз. Зак. 728.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 9816.4—2014 Теллур технический. Метод спектрального анализа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 5.1.1 Таблица 6. Графа «Длина волны, нм.» для:		
Медь	327,395	327,396
Свинец	330,237	283,305
Кремний	283,305	288,158
Натрий	288,158	330,237

(ИУС № 1 2019 г.)

gost.e-ecolog.ru