УДК 661.692 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТЕЛЛУР ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод спектрального анализа

Technical tellurium. Method of spectral analysis

ГОСТ 9816.4—84

Взамен ГОСТ 9816.4—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 спектральный метод определения примесей в техническом теллуре при массовой доле элементов:

меди от 0,001 до 0,35%;
железа от 0,0005 до 0,2%;
свинца от 0,0005 до 1,5%;
натрия от 0,005 до 0,35%;
селена от 0,05 до 0,5%;
кремния от 0,0005 до 0,25%;
алюминия от 0,0005 до 0,15%;
серебра от 0,001 до 0,004%;
золота от 0,0005 до 0,02%;
платины от 0,0005 до 0,02%;
родия от 0,0005 до 0,02%;
палладия от 0,001 до 0,02%;
иридия от 0,005 до 0,2%;
рутения от 0,005 до 0,2%,
олова от 0,0005 до 0,02%.

Примеси определяют по методу «трех эталонов» с применением дуги переменного тока для испарения пробы и возбуждения спектра.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 9816.0—84.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф средней дисперсии любого типа с трехлинзовой системой освещения и трехступенчатым ослабителем.

Генератор дуги переменного тока типа ИВС-28 или ДГ-2.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

Микрофотометр любого типа.

Ступки агатовые с пестиком.

Станок для заточки угольных электродов.

Лампа инфракрасная по ГОСТ 13874—76.

Баночки пластмассовые или полиэтиленовые.

Фотопластинки спектрографические типа II чувствительностью от 10 до 20 единиц по ГОСТ 10691.1—73.

Кинопленка позитивная типа МЗ-3—35 чувствительностью 0,7—1,0 единиц по ГОСТ 20945—80.

Электроды угольные спектрально чистые марки С-3, ОСЧ 7—3 по ГОСТ 4425—72:

с кратером диаметром 2,8 мм, глубиной 4 и 6 мм;

диаметром 6 мм, длиной 30—50 мм, заточенные на конус;

с кратером диаметром 44 мм, глубиной 1,5—2 мм, форма «рюмки».

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79 или порошок угольный, изготовленный измельчением спектрально чистых угольных электродов.

Проявитель:

метол по ГОСТ 25664—83 — 1г;

натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—77 — 25 г;

гидрохинон по ГОСТ 19627—74 — 5 г;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74 — 1 г;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 — 20 г;

вода дистиллированная до 1000 $см^3$.

Фиксаж:

натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244—76 — 250 г;

калий сернистокислый пиро по ГОСТ 5713—75 — 25 г;

вода дистиллированная до 1000 $см^3$.

Допускается применение других контрастно работающих проявителей и фиксажа.

Висмута окись по ГОСТ 10216—75.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4144—79.

Стандартные образцы для градуировки любой категории.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление стандартных образцов для градуировки приведено в обязательном приложении.

3.2. Приготовление буферной смеси

Навески угольного порошка или графитового порошка массой 4,89 г и окиси висмута массой 0,11 г помещают в агатовую ступку, тщательно перемешивают. От полученной смеси отбирают навеску массой 0,5 г, переносят ее в агатовую ступку и перетирают с 0,42 г азотнокислого калия и 4,08 г угольного порошка или

графитового порошка. Приготовленная таким образом буферная смесь содержит 0,2% висмута и 4% калия.

Количество приготовленной буферной смеси может быть увеличено в два раза.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Технический теллур и стандартные образцы для градуировки смешивают в агатовой ступке с буферной смесью в весовом соотношении 1 : 1 (200 или 400 мг технического теллура или образцы и 200 или 400 мг смеси) в течение 30—35 мин и набивают в угольные электроды с кратером диаметром 2,8 мм и глубиной 44 мм, предварительно обожженные в дуге переменного тока силой (15±0,1) А в течение 15—20 с.

Для определения платиновых металлов и элементов с массовой долей меньше 0,001% следует использовать электроды формы «рюмка» и чувствительные фотоматериалы (например, кинопленку).

Из каждой анализируемой пробы и стандартного образца для градуировки готовят по четыре электрода.

4.2. Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель с трехлинзовой системой освещения при ширине щели спектрографа 0,015 мм. Промежуточная диафрагма 5 мм.

Испарение пробы и возбуждение спектра проводят в дуге переменного тока при 7—8 А, время экспозиции (60±5) с. Дуговой промежуток — 2,5 мм.

В кассету помещают пластинку типа II размером 9×12 см или позитивную кинопленку. Длинноволновую область спектра фотографируют на фотопластинке «Изоорто».

На одной пластинке или пленке фотографируют по два спектра каждой анализируемой пробы и стандартного образца, затем фотографирование повторяют на другой пластинке (пленке).

Пластинку или пленку проявляют при (20±2)° С (время проявления указано на упаковке пластинки), фиксируют, промывают в течение 20—25 мин в проточной воде, ополаскивают дистиллированной водой и высушивают.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При определении массовой доли примесей измеряют плотность почернения линии примеси и линии сравнения следующих пар линий в нм, выбирая для фотометрирования ту из ступеней ослабления, в которой почернения измеряемых линий лежат в области нормальных:

Медь	— 296,12	Висмут	— 289,79
	— 327,39	Теллур	— 317,51

Алюминий	— 308,22	Висмут	— 289,79
	— 309,27	Теллур	— 317,51
Олово	— 286,32		фон
	— 283,99		фон
Свинец	— 287,30	Висмут	— 289,79
	— 283,30	Теллур	— 276,97
Железо	— 303,70	Висмут	— 289,79
	— 259,94	Теллур	— 276,97
Кремний	— 288,16	Висмут	— 289,79
Натрий	— 330,20	Висмут	— 289,79
	— 588,99		фон
Серебро	— 328,06	Теллур	— 317,51
Платина	— 265,94	Теллур	— 276,97
Палладий	— 342,12	Теллур	— 317,51
Родий	— 339,68	Теллур	— 317,51
Иридий	— 266,47	Теллур	— 276,97
Рутений	— 287,49	Теллур	— 276,97
Золото	— 267,59	Теллур	— 276,97

Примечание. Линию натрия 330,20 нм используют при отсутствии палладия.

Вычисляют разность почернения, найдя среднее арифметическое для двух спектров каждого стандартного образца и анализируемой пробы, строят градуировочный график в координатах — ΔS—lg C, где C — массовая доля примесей в стандартных образцах для градуировки в процентах.

По вычисленным значениям ΔS для каждой анализируемой пробы по графику определяют массу примеси.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов четырех параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать величин, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Интервал массовых долей, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Палладий, платина, родий, рутений, иридий, золото, серебро, олово	От 0,0005 до 0,001 включ.	0,001
	Св. 0,001 до 0,003 »	0,003
	» 0,003 » 0,01 »	0,006
	» 0,01 » 0,03 »	0,01
	» 0,03 » 0,1 »	0,02
	» 0,1 » 0,3 »	0,05
Медь, железо, кремний, алюминий, натрий	От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0004
	Св. 0,001 до 0,003 »	0,001
	» 0,003 » 0,01 »	0,007
	» 0,01 » 0,03 »	0,01
	» 0,03 » 0,1 »	0,02
	» 0,1 » 0,3 »	0,05
	» 0,3 » 0,6 »	0,08

Продолжение таблицы 1

Определяемый элемент	Интервал массовых долей, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Свинец	От 0,0005 до 0,001 включ.	0,001
	Св. 0,001 до 0,003 »	0,003
	» 0,003 » 0,01 »	0,006
	» 0,01 » 0,03 »	0,01
	» 0,03 » 0,1 »	0,02
	» 0,1 » 0,3 »	0,05
	» 0,3 » 1,0 »	0,2
	» 1,0	0,4

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЛЕНА

6.1. Перед проведением анализа приготовить стандартные образцы для градуировки: смешать 1,5 г селена с 8,5 г теллура-основы. От полученной смеси отобрать 1,5 г и смешать с 13,5 г теллура-основы — это основной стандартный образец для градуировки. Последующие образцы готовить последовательным разбавлением основного образца, а затем каждого последующего теллуром-основой в 2,5 раза.

Массовая доля селена в стандартных образцах для градуировки приведена в табл. 2.

Таблица 2

Обозначение стандартного образца	2—1	2—2	2—3	2—4
Массовая доля селена, %	0,6	0,24	0,096	0,038

В зависимости от массовой доли селена в анализируемых пробах допускается изменять его содержание в стандартных образцах для градуировки.

Подготовить по шесть электродов от каждой пробы и стандартного образца и набить в угольные электроды с кратером диаметром 2,8 мм и глубиной 6 мм.

6.2. Спектры фотографировать через трехступенчатый ослабитель при ширине щели спектрографа 0,026 мм. Освещение щели — трехлинзовым конденсатором (две линзы — неахроматические). Промежуточная диафрагма круглая. Дуговой промежуток 2,5 мм. В кассету (в коротковолновую область) поместить пластинку типа II, сенсибилизированную. Испарение пробы и возбуждение спектра провести в дуге переменного тока при (12±0,1) А, время экспозиции (60±5) с.

Фотографировать на одной пластинке по три спектра анализируемой пробы и стандартных образцов для градуировки. Повторить съемку на другой пластинке.

6.3. Измерить плотности почернения линии селена при длине волны 207,4 нм и линии сравнения теллура при длине волны 207,0 нм, выбирая для фотометрирования ту из ступеней ослабления, в которой почернения измеренных линий лежат в области нормальных.

Массовую долю селена определяют по п. 5.1. Абсолютные допускаемые расхождения результатов шести параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать величин, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля селена %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Свыше 0,05 до 0,1 включ.	0,02
» 0,1 » 0,3 »	0,05
» 0,3 » 0,6	0,08

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

Приготовление стандартных образцов для градуировки

1. Стандартные образцы для градуировки, приготовленные на каждом предприятии по приведенной методике, должны быть аттестованы по ГОСТ 8.315—78.

2. Допускается приготовление стандартных образцов для градуировки из металлов, окислов металлов и растворов металлов.

3. **Приготовление стандартных образцов для градуировки из металлов и окислов металлов**

3.1. Реактивы, растворы

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.
Теллур высокой чистоты по ГОСТ 18428—81.
Серебро по ГОСТ 6836—80.
Золото по ГОСТ 6835—80.
Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.
Олово двухлористое по ГОСТ 36—78.
Железа окись по ГОСТ 4173—77.
Окись алюминия активная по ГОСТ 8136—76.
Меди (II) окись по ГОСТ 16539—79.
Свинца (II) окись по ГОСТ 9199—77.
Селен высокой чистоты по ГОСТ 6738—71.
Платина в порошке по ГОСТ 14837—79.
Палладий в порошке по ГОСТ 14836—81.
Родий в порошке по ГОСТ 12342—81.
Иридий в порошке по ГОСТ 12338—81.

3.2. Приготовление образцов

Для приготовления основного образца для градуировки необходимы:
окись меди — 0,150 г;
окись железа — 0,171 г;
окись свинца — 0,131 г;
хлористый натрий — 0,152 г;
двуокись кремния — 0,128 г;
окись алюминия — 0,113 г;
двухлористое олово — 0,105 г;
золото, серебро палладий, родий, платина — по 0,015 г;
иридий, рутений — по 0,090 г;
теллур-основа — 1,796 г.

Все навески тщательно перемешивают в течение 2—2,5 ч в истирателе (типа лабораторной шаровой мельницы из материала, не загрязняющего исходные анализируемые пробы). Рабочие образцы для градуировки готовят последовательным разбавлением основного стандартного образца, а затем каждого последующего образца теллуром-основой в 2,5 раза. Массовая доля определяемых примесей в стандартных образцах приведена в таблице.

Обозначение стандартного образца для градуировки	Массовая доля примесей, %			
	меди, железа, свинца	натрия, кремния, алюминия, олова	иридия, рутения	серебра, золота, платины, палладия, родия
1—1	1,6	—	—	0,2
1—2	0,64	0,32	—	0,08

Продолжение таблицы

Обозначение стандартного образца для градуировки	Массовая доля примесей, %			
	меди, железа, свинца	натрия, кремния, алюминия, олова	иридия, рутения	серебра, золота, платины, палладия, родия
1—3	0,26	0,13	0,19	0,035
1—4	0,10	0,05	0,077	0,0125
1—5	0,04	0,02	0,030	0,005
1—6	0,016	0,008	0,012	0,002
1—7	0,0064	0,0032	0,005	0,0008
1—8	0,0026	0,0013	0,002	—
1—9	0,0010	0,0005	—	—
1—10	0,0004	—	—	—

Массовые доли примесей в основе определяют методом добавок и вводят поправку в расчетное содержание примесей в стандартных образцах для градуировки.

Приготовленные стандартные образцы для градуировки следует хранить в полиэтиленовых или пластмассовых баночках с плотно закрывающимися крышками в течение 1 года

4 **Приготовление стандартных образцов для градуировки из растворов металлов**

4.1 Реактивы, растворы

Бария гидрат окиси технический по ГОСТ 10848—79

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 1

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 1 и 1 : 3

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77

Посуда кварцевая (чашки, стаканы) по ГОСТ 19908—80

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77

Теллур высокой чистоты по ГОСТ 18428—81

Серебро по ГОСТ 6836—80

Золото по ГОСТ 6835—80

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73

Олово по ГОСТ 860—75

Железо по ГОСТ 9849—74

Алюминий по ГОСТ 11069—74

Медь по ГОСТ 859—78

Свинец по ГОСТ 3778—77

Селен высокой чистоты по ГОСТ 6738—71.

Платина в порошке по ГОСТ 14837—79

Палладий в порошке по ГОСТ 14836—81

Родий в порошке по ГОСТ 12342—81.

Рутений в порошке по ГОСТ 12343—79

Иридий в порошке по ГОСТ 12338—81

Растворы чистых металлов

Раствор меди: навеску меди массой 5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 45—50 см³ смеси соляной и азотной кислот (3 : 1), растворяют при нагревании и упаривают раствор досуха. Остаток дважды обрабатывают по 7—10 см³ соляной кислоты, выпаривая каждый раз досуха. Сухой остаток растворяют в 60—80 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 5 мг меди.

Раствор железа: навеску железа массой 5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 40—45 см³ соляной кислоты, кипятят и упаривают раствор при нагревании до сухих солей. Приливают 60—80 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), кипятят 5—7 мин, охлаждают, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 5 мг железа.

Раствор свинца: навеску свинца массой 5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 40—45 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3) и упаривают при нагревании до влажного состояния. Затем приливают 5—7 см³ азотной кислоты и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 5 мг свинца.

Раствор серебра: навеску серебра массой 0,1 г растворяют при нагревании в 15—20 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3) и выпаривают до влажных солей. Прибавляют 50—60 см³ воды, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг серебра.

Раствор золота: навеску золота массой 0,1 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 150—200 см³, приливают 10—15 см³ смеси соляной и азотной кислот (3 : 1) и растворяют при нагревании. Охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг золота.

Раствор алюминия: навеску алюминия массой 0,5 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 150—200 см³, приливают 15—20 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1) и растворяют при нагревании. Охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки раствором азотной кислоты (1 : 1) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг алюминия.

Раствор олова: навеску тонкоизмельченного металла массой 0,1 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 50—100 см³ и добавляют 2—3 см³ азотной кислоты. После перехода всей навески в метаоловянную кислоту в стакан (колбу) приливают 15—20 см³ воды и добавляют 2—2,5 г щавелевой кислоты. Растворяют осадок при перемешивании и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, обмывают стакан (колбу) 2—3 см³ воды и промывные воды помещают в ту же мерную колбу, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг олова.

Раствор иридия: навеску иридия массой 0,5 г тщательно растирают в агатовой ступке с 5—6 г перекиси бария. Полученную смесь переносят в корундовый тигель № 4 и спекают в муфельной печи при 900—920°С в течение 2—2,5 ч. Тигель со спеком охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400—500 см³ и растворяют в 200—250 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). Если навеска полностью не растворится, раствор с остатком отфильтровывают, фильтр подсушивают, озоляют и спекают вторично. После этого объединенные растворы помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки раствором соляной кислоты (1 : 1) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг иридия.

Раствор родия: навеску родия массой 0,5 г тщательно растворяют в агатовой ступке с 5—6 г перекиси бария. Полученную смесь переносят в корундовый

тигель и спекают в муфельной печи при 900—920°С в течение 2—2,5 ч. Затем спек охлаждают и растворяют в 200—220 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). Если навеска полностью не растворится, раствор с остатком отфильтровывают, фильтр подсушивают, озоляют и повторяют спекание. После этого объединенные растворы помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки раствором соляной кислоты (1 : 1) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг родия.

Раствор рутения: навеску рутения массой 0,5 г тщательно растирают в агатовой ступке с 5—6 г перекиси бария. Полученную смесь переносят в корундовый тигель и спекают в муфельной печи при 900—920°С в течение 2—2,5 ч. Затем спек охлаждают и растворяют в 200—220 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). Если навеска полностью не растворится, раствор с остатком отфильтровывают, фильтр подсушивают, озоляют и повторяют спекание. После этого объединенные растворы помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки раствором соляной кислоты (1 : 1) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг рутения.

Раствор платины: навеску платины массой 0,1 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 100—150 см³, приливают 10—15 см³ смеси соляной и азотной кислот (3 : 1), накрывают покровным стеклом и растворяют при слабом нагревании. После растворения навески стекло снимают, обмывают его водой над стаканом (колбой), ставят стакан на водяную баню и выпаривают раствор до 3—5 см³. Охлаждают, раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 2 моль/дм³ и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг платины.

Раствор палладия: навеску палладия массой 0,1 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 50—100 см³, приливают 10—15 см³ смеси соляной и азотной кислот (3 : 1), накрывают покровным стеклом и нагревают до удаления основной массы окислов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом (колбой) и выпаривают раствор до 5—7 см³. Охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки раствором соляной кислоты 2 моль/дм³ и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг палладия.

Раствор натрия: навеску хлористого натрия массой 0,2543 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 30—40 см³ воды, перемешивают до растворения навески, разбавляют водой до метки и снова перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг натрия.

Раствор кремния: навеску двуокиси кремния массой 0,1875 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 50—100 см³, приливают 10—15 см³ раствора натрия гидроокиси и нагревают до растворения навески. Охлаждают полученный раствор, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки раствором натрия гидроокиси и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг кремния.

Для приготовления растворов можно использовать окислы или азотнокислые соли металлов.

Раствор А: в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают по 10 см³ растворов иридия, рутения, платины, палладия, родия, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит по 0,1 мг указанных металлов.

4.2. Приготовление стандартных образцов для градуировки

Для приготовления основного стандартного образца с массовой долей меди, железа, свинца по 4%, натрия, кремния, алюминия, олова по 0,8%, иридия, рутения, золота, серебра, платины, палладия, родия по 0,5% необходимо приготовить смеси А и Б.

Смесь А: в кварцевую (или другую) чашку вместимостью 50 см³ помещают 5 см³ раствора А и 4 г графитового порошка. Смесь высушивают под лампой,

вводят по 0,8 см³ растворов меди, железа, свинца, натрия, кремния, алюминия и олова. Снова осторожно высушивают под лампой до удаления запаха азотной кислоты. Полученную смесь тщательно перемешивают в течение 1—1,5 ч.

Смесь Б: в кварцевую (или другую) чашку вместимостью 50 см³ помещают 0,5 см³ раствора золота и 1 г графитового порошка, осторожно подсушивают при температуре не выше 70°С. Затем подсушенный остаток смачивают 3—5 каплями азотной кислоты и снова подсушивают. Повторяют смачивание и подсушивание до удаления запаха азотной кислоты.

Обе смеси соединяют, тщательно перемешивают в агатовой ступке в течение 1—1,5 ч.

Рабочие стандартные образцы для градуировки готовят последовательным разбавлением основного образца, а затем каждого последующего образца теллуром-основой в 2,5 раза.

Массовая доля определяемых примесей приведена в таблице.

В зависимости от состава теллура, поступающего на анализ, допускается уменьшить содержание той или иной примеси в стандартных образцах или полностью исключить ее с соответствующим пересчетом состава образцов.

Изменение № 1 ГОСТ 9816.4—84 Теллур технический. Метод спектрального анализа

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. Заменить слова: «с кратером диаметром 44 мм, глубиной 1,5—2 мм, форма «рюмки» на «с кратером диаметром 3,5—4 мм, глубиной 2—2,5 мм, формы «рюмка»;

исключить ссылку: ГОСТ 5713—75;

заменить ссылки: ГОСТ 13874—76 на ТУ 16—87 ИФМР.675000.006 ТУ, ГОСТ 10691.1—73 на ГОСТ 10691.1—84.

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Для анализа технического теллура, содержащего платиновые металлы, следует использовать электроды формы «рюмка», кинопленку и буфер в виде угольного порошка при соотношении буфера и анализируемого материала 1:5 (по массе)».

Пункт 4.2. Первый абзац дополнить словами: «Допускается фотографирование спектра без трехступенчатого ослабителя».

Пункт 5.1. Линии сравнения для меди и серебра изложить в новой редакции:

«Висмут — 289,79

Висмут — 289,79 или (для меди)

Теллур — 317,51»;

«Теллур — 317,51 или (для серебра)

Висмут — 289,79»;

последний абзац. Заменить слова: «массу примеси» на «массовую долю примеси».

Пункт 5.2. Первый ~~абзац~~ изложить в новой редакции: «Разность наибольшего и наименьшего результата четырех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1».

Пункт 6.2. Первый абзац. Заменить слова: «конденсатором» на «конденсором», «линзы» на «линии».

Пункт 6.3. Второй абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю селена определяют по п. 5.1. Разность наибольшего и наименьшего результата шести параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3».

Приложение. Пункт 3.1. Исключить ссылки: ГОСТ 36—78, ГОСТ 18428—81, ГОСТ 9199—77, ГОСТ 6738—71;

заменить ссылки: ГОСТ 8136—76 на ГОСТ 8136—85, ГОСТ 14836—81 на ГОСТ 14836—82.

Пункт 4.1. Исключить ссылки: ГОСТ 18428—81, ГОСТ 6738—71; заменить ссылки: ГОСТ 9849—74 на ГОСТ 9849—86, ГОСТ 14836—81 на ГОСТ 14836—82.

(ИУС № 3 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru