УДК 669.777:543.869:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТЕЛЛУР ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Спектральный метод определения примесей

Tellurium high purity.
Spectral method for the determination of impurities

ГОСТ 24977.2—81*

Взамен ГОСТ 21326.1—75

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 примесей в теллуре высокой чистоты марок Т-В4, Т-В3 и Т-А1 в диапазоне массовых долей в процентах:

серебра $5 \cdot 10^{-6} — 2 \cdot 10^{-3}$;
меди $5 \cdot 10^{-6} — 3 \cdot 10^{-3}$;
свинца $7 \cdot 10^{-6} — 2 \cdot 10^{-3}$;
алюминия $1 \cdot 10^{-5} — 1 \cdot 10^{-3}$;
железа $2 \cdot 10^{-5} — 2 \cdot 10^{-3}$;
олова $7 \cdot 10^{-6} — 4 \cdot 10^{-3}$;
висмута $8 \cdot 10^{-6} — 2 \cdot 10^{-4}$;
магния $2 \cdot 10^{-5} — 1 \cdot 10^{-3}$;
золота $5 \cdot 10^{-5} — 2 \cdot 10^{-4}$;
кобальта $2 \cdot 10^{-5} — 1 \cdot 10^{-3}$;
никеля $7 \cdot 10^{-6} — 1 \cdot 10^{-3}$;

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

марганца $1 \cdot 10^{-6} — 1 \cdot 10^{-4}$;
галлия $4 \cdot 10^{-5} — 2 \cdot 10^{-4}$;
индия $1 \cdot 10^{-5} — 3 \cdot 10^{-4}$;
хрома $2 \cdot 10^{-5} — 1 \cdot 10^{-3}$.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 24977.1—81.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 (решетка 600 штр./мм, первый порядок), ДФС 452 (решетка 1200 штр./мм, второй порядок) или СТЭ-1 с трехступенчатым ослабителем и трехлинзовой системой освещения щели.

Спектрограф с кварцевой оптикой средней дисперсии типа ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели.

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

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 0,001 г по ГОСТ 13718—68.

Боксы из органического стекла.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74.

Ступка из органического стекла.

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

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

Электроды из углей особой чистоты по ТУ 48—20—78—76 диамет-

ром 6 мм формы «рюмка» с высотой головки (2±1) мм, глубиной канала (10,0±0,2) мм, диаметром канала (4,0±0,1) мм, длиной шейки 5 мм, диаметром 2 мм. При анализе теллура марки Т-А1 разрешается использовать электроды формы «рюмка» с высотой головки (10±1) мм, глубиной канала (8,0±0,2) мм, диаметром канала (3,8±0,1) мм.

Контрэлектроды из углей особой чистоты по ТУ 48—20—78—76, диаметром 6 мм, длиной 30—50 мм, один конец заточен на полусферу или усеченный конус диаметром площадки 1,5—2 мм.

Порошок графитовый особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

Фотопластинки «спектрографические», типа I или «диапозитивные» размером 9 × 12, типа II или ПФС-02 по ТУ 6—43—1475—88 размером 13 × 18 и 9 × 12 см.

Теллур высокой чистоты марки ТВ-4 по ТУ 6—04—65—82 или марки «экстра» по ТУ 48—0515—028—89.

Кислота азотная марки ОС.Ч-19—14 или 23—4 по ГОСТ 11125—84, при необходимости дважды перегоняется в кварцевом аппарате, и растворы 1:1, 1:3 и 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77.

Смесь соляной и азотной кислот 3:1.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76.

Пинцеты медицинские из нержавеющей стали по ГОСТ 21241—89.

Хлорид натрия особой чистоты.

Спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Серебро по ГОСТ 6836—80.

Медь по ГОСТ 859—78.

Свинец по ГОСТ 3778—77.

Висмут по ГОСТ 10928—90.

Золото по ГОСТ 6835—80.

Алюминий по ГОСТ 11069—74.

Магний.

Кобальт по ГОСТ 123—78.

Марганец по ГОСТ 6008—90.

Галлий по ГОСТ 12797—77.

Индий по ГОСТ 10297—94.

Аммоний хромовокислый по ГОСТ 3774—76.

Никель по ГОСТ 849—70.

Железо восстановленное.

Олово по ГОСТ 860—75.

Массовая доля металлов не менее 99,99 %.

Растворы чистых металлов.

Раствор серебра: 0,1 г металла 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 0,001 г серебра.

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

1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г меди.

Раствор свинца: 0,1 г металла растворяют в растворе азотной кислоты 1:4, раствор 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 0,001 г свинца.

Раствор висмута: 0,1 г металла растворяют в 15 $см^3$ азотной кислоты, раствор доводят до кипения, охлаждают, переводят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г висмута.

Раствор золота: 0,1 г металла растворяют в 10 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот 3:1, охлаждают, переводят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г золота.

Раствор алюминия: 0,5 г измельченного металла растворяют в 15 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1, раствор охлаждают, количественно переводят 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 алюминия.

Раствор магния: 0,5 г металла растворяют в 15 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1, раствор охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,005 г магния.

Раствор кобальта: 0,5 г измельченного металла растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты 1:1, раствор охлаждают, переводят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,005 г кобальта.

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

1 см^3 раствора содержит 0,001 г никеля.

Растворы железа:

Раствор А. 1 г металла растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты 1:1 при слабом нагревании, раствор охлаждают, переводят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,01 г железа.

Раствор Б. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отмеривают пипеткой 10 см^3 раствора А, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,001 г железа.

Раствор олова: 0,1 г тонкоизмельченного металла помещают в стакан вместимостью 50 см^3 и добавляют 2 см^3 азотной кислоты. После перехода всей навески в метаоловянную кислоту в стакан приливают 15 см^3 воды и добавляют 2 г щавелевой кислоты. После растворения осадка раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Для растворения оставшихся кристаллов щавелевой кислоты стакан промывают 2—3 см^3 воды и промывные воды сливают в мерную колбу, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г олова.

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 галлия: 0,1 г галлия 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 0,001 г галлия.

Растворы марганца и хрома готовят, как указано в ГОСТ 24977.1—81.

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. Образцы сравнения. Основой для приготовления образцов сравнения служит порошковый графит с добавкой 2,5 % хлорида натрия.

Головной образец сравнения, содержащий по 0,02 % серебра, меди, золота и галлия, по 0,004 % олова, свинца, железа, никеля и висмута, 0,008 % марганца, 0,12 % хрома, алюминия, магния и кобальта, 0,08 % индия готовят следующим образом:

Смесь 1. В кварцевую чашку вместимостью 50 $см^3$ помещают 4,0 г основы и вводят указанное в табл. 1а количество растворов элементов.

Таблица 1а

Определяемый элемент	Массовая доля элемента в растворе, $г/дм^3$	Количество раствора, вносимое в головной образец сравнения, $см^3$	Массовая доля элемента в головном образце сравнения, %
Серебро, медь, галлий	0,001	1	0,02
Свинец, олово, железо, висмут, никель	0,001	2	0,04
Алюминий, хром, кобальт, магний	0,005	1,2	0,12
Марганец	0,0005	0,8	0,008
Индий	0,005	0,8	0,08

При введении растворов следят за тем, чтобы раствор, пропитывающий основу, не попадал на дно и стенки чашки. Для этого по мере введения растворов примесей графитовый порошок подсуши-

вают под лампой до удаления запаха азотной кислоты. Полученную смесь тщательно перемешивают в течение 60 мин.

Смесь 2. В кварцевую чашку вместимостью 50 $см^3$ помещают 1,0 г основы, вводят в нее 1 $см^3$ раствора золота, осторожно подсушивают при температуре не выше 70 °С. Просушенный порошок смачивают концентрированной азотной кислотой, просушивают и повторяют смачивание, после чего тщательно высушивают до удаления запаха азотной кислоты.

Обе смеси соединяют, тщательно перемешивают в ступке в течение 60 мин.

Серию рабочих образцов сравнения получают, разбавляя основной и каждый из последующих образцов сравнения в 2,5—2 раза основы.

Каждый из приготовленных образцов сравнения смешивают с четырехкратным по массе количеством теллура. Содержание примесей в полученных образцах сравнения рассчитывают по отношению к теллуру (считая, что содержание примеси в теллуре равно содержанию примеси в образце сравнения деленному на четыре).

Содержание примесей в основе определяют методом добавок и вводят поправку в расчетное содержание примесей в образцах сравнения.

Образцы сравнения (смешанные с теллуром) по расчету содержат количества примесей, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Номер образца сравнения	Массовая доля примесей, %				
	серебро, медь, золото, галлий	свинец, олово, висмут, никель, железо	алюминий, хром, кобальт, магний	марганец	индий
1	0,002	0,004	0,012	0,0008	0,008
2	0,001	0,002	0,006	0,0004	0,004
3	0,0004	0,0008	0,0024	0,00016	0,0016
4	0,0002	0,0004	0,0012	0,00008	0,0008
5	0,00004	0,00008	0,00024	0,000016	0,00016
6	0,00002	0,00004	0,00012	0,000008	0,00008
7	0,00001	0,00002	0,00006	0,000004	0,00004
8	0,000005	0,00001	0,00003	0,000002	0,00002
9	0,0000033	0,000007	0,00002	0,0000013	0,000013

Для анализа теллура марки Т-А1 можно использовать первые пять образцов сравнения или приготовить серию образцов сравнения, из которых полностью исключить примеси, не нормируемые в указанной марке теллура.

Допускается готовить образцы сравнения введением в основу примесей в виде азотнокислых солей и оксидов с массовой долей основного вещества не менее 99,99 %.

Предельно допускаемое значение погрешности установления значений аттестуемых характеристик образцов сравнения не превышает 2,6 % от аттестуемого значения содержания компонента.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. От каждой пробы металлического теллура берут по две навески и смешивают их с основной (если образцы сравнения для анализа теллура марки Т-А1 приготовлены на основе графитового порошка без добавки хлорида натрия, то пробы смешивают с графитовым порошком) в отношении 4:1 и помещают в каналы угольных электродов (полный канал), обожженных в дуге переменного тока силой 15—18 А в течение 15 с. От каждой навески пробы готовят по шесть, образца сравнения — по три электрода.

Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель при помощи дифракционного спектрографа (при анализе теллура марки Т-А1 можно использовать спектрограф типа ИСП-30).

Ширина щели дифракционного спектрографа 0,018 мм (призменного — 0,015 мм). Фотопластинки типа II размером 13 × 18 (при анализе теллура марки Т-А1 в кассету заряжают две фотопластинки: в область 330 нм — половину диапозитивной или типа I, в область 310—220 нм — типа II размером 9 × 12).

Испарение пробы и возбуждение спектров проводят в дуге переменного тока силой 18 А в течение 60 с. При анализе теллура марки Т-А1 и использовании электродов с размером канала 3,8 × 8 мм возбуждение спектров проводят в дуге переменного тока силой 8 А в течение 40 с.

Дуговой промежуток 2,5 мм.

На одну фотопластинку фотографируют по шесть спектров пробы и по три спектра образцов сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

серебро AgI 328,07;	свинец PbI 283,31;
медь CuI 327,40;	магний MgI 280,27;
алюминий AlI 308,22;	золото AuI 267,59;
висмут BiI 306,77;	марганец MnI 279,83;
никель NiI 305,08;	галлий GaI 294,36;
кобальт CoI 304,40;	индий InI 303,94;
железо FeI 302,0;	хром GrII 283,56 или
олово SnI 284,0;	хром CrI 302,15.

На микрофотометре измеряют почернение линии определяемого элемента в спектрах образцов сравнения во всех трех ступеньках ослабителя для построения характеристической кривой (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 образцах сравнения, %. Все расчеты ведут, пользуясь расчетным прибором или таблицей, приведенной в приложении 2 ГОСТ 24977.1—81. По полученным градуировочным графикам находят содержания примесей, соответствующие вычисленным для проб значениям $(\lg\frac{I_л}{I_ф})_{ср}$.

При определении примесей, плотность почернения аналитических линий которых лежит в области нормальных почернений, и при анализе теллура марки Т-А1 градуировочные графики строят в координатах S—$\lg C$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое резуль-

татов двух параллельных определений, по трем 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. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Расхождение результатов двух параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
Серебро, медь, свинец, никель, висмут, олово, кобальт, золото	$5 \cdot 10^{-6}$ $1 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $3 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-6}$ $0{,}3 \cdot 10^{-5}$ $2 \cdot 10^{-5}$ $0{,}3 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-4}$ $0{,}3 \cdot 10^{-3}$ $0{,}9 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-6}$ $0{,}5 \cdot 10^{-5}$ $3 \cdot 10^{-5}$ $0{,}5 \cdot 10^{-4}$ $3 \cdot 10^{-4}$ $0{,}5 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-3}$
Индий, галлий, хром, марганец	$2 \cdot 10^{-6}$ $1 \cdot 10^{-5}$	$0{,}8 \cdot 10^{-6}$ $0{,}4 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-6}$ $0{,}7 \cdot 10^{-5}$
Магний, железо, алюминий	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-5}$ $0{,}4 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-4}$ $0{,}4 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-5}$ $0{,}7 \cdot 10^{-4}$ $3{,}5 \cdot 10^{-4}$ $0{,}7 \cdot 10^{-3}$

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

для серебра, меди, свинца, никеля, висмута, олова, кобальта и золота:

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

для индия, галлия, хрома, марганца, магния, железа и алюминия.

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

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

gost.e-ecolog.ru

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).