УДК 669.776 : 543.42 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод спектрального анализа

Technical selenium. Method of spectral analysis

ГОСТ 16273.1—85

Взамен ГОСТ 16273.1—71

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1985 г. № 208 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает эмиссионный спектральный метод определения меди, железа, свинца, ртути, магния, теллура, мышьяка, сурьмы, алюминия в техническом селене с массовой долей селена от 97,5% и выше в диапазоне массовых долей, %:

медь	$2 \cdot 10^{-4}$ — $6 \cdot 10^{-2}$
железо	$1 \cdot 10^{-3}$ — $6 \cdot 10^{-1}$
свинец	$1 \cdot 10^{-3}$ — $6 \cdot 10^{-2}$
теллур	$1 \cdot 10^{-2}$ — 1,0
мышьяк	$1 \cdot 10^{-3}$ — $2 \cdot 10^{-1}$
ртуть	$5 \cdot 10^{-4}$ — $6 \cdot 10^{-2}$
алюминий	$2 \cdot 10^{-4}$ — $2 \cdot 10^{-1}$
сурьма	$2 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-1}$
магний	$5 \cdot 10^{-4}$ — $6 \cdot 10^{-2}$

Измерение массовых долей примесей в селене основано на испарении пробы и возбуждении спектра с применением дуги переменного тока.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16273.0—85.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Спектрограф любого типа с трехлинзовой (или однолинзовой) системой освещения щели.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

(Допускается использование спектральной аппаратуры с фотоэлектрической регистрацией спектра).

Микрофотометр любого типа.

Генератор дуги переменного тока любого типа.

Весы лабораторные с предельной нагрузкой 200 г.

Ступки фарфоровые по ГОСТ 9147—80 или агатовые с пестиками.

Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Бюксы стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Шкаф сушильный лабораторный.

Лампа инфракрасная по ГОСТ 13874—76.

Станок для заточки графитовых электродов любого типа.

Сито с сеткой С071 по ГОСТ 6613—73.

Фотопластинки спектрографические типа I чувствительностью 3—5 единиц, типа II, ЭС или УФШ чувствительностью от 10 до 20 единиц или другие контрастные фотоматериалы.

Электроды графитовые спектрально чистые марок С-3, ОС4-7—4 по ГОСТ 4425—72, диаметром 6 мм, длиной 30—50 мм с кратером диаметром 3,8—4 мм, глубиной 4—5 мм и диаметром 6 мм, длиной 30—50 мм, заточенные на полусферу или конус.

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

Проявитель:

метол по ГОСТ 25664—83	(1±0,1) г
гидрохинон по ГОСТ 19627—74	(5±0,2) г
натрий сернокислый по ГОСТ 195—77, безводный	(25±1) г
калий бромистый по ГОСТ 4160—74	(1±0,1) г
натрий углекислый по ГОСТ 83—79, безводный	(20±1) г
вода дистиллированная	до 1 дм³.

Фиксаж:

натрия тиосульфат кристаллический по СТ СЭВ 223—75	(250±5) г
калий сернокислый пиро по ГОСТ 5713—75	(25±1) г
вода дистиллированная	до 1 дм³.

Допускается применение других контрастно работающих проявителей и фиксажа.

Стандартные образцы для градуировки любой категории.

Висмута окись по ГОСТ 10216—75.

Кобальта окись по ГОСТ 4467—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Натрий салициловокислый по ГОСТ 17628—72, 5%-ный раствор в спирте.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление стандартных образцов для градуировки приведено в обязательном приложении 1.

Для целей градуировки допускается применение стандартных образцов любой категории, аттестованных в установленном порядке.

3.2. Приготовление буферной смеси

Смесь 1: в фарфоровую ступку помещают навеску графитового порошка массой 0,87 г и 0,13 г окиси кобальта; перетирают до однородной массы.

Смесь 2: от смеси 1 отбирают навеску 0,10 г, переносят ее в фарфоровую ступку, добавляют 0,28 г окиси висмута, 0,62 г графитового порошка и перемешивают.

Для приготовления буферной смеси в фарфоровую чашку помещают 1 г хлористого натрия и приливают воды до полного растворения соли. В полученный раствор вводят 8,90 г графитового порошка и 0,10 г смеси 2; перемешивают и высушивают на плитке. Сухую смесь перетирают и просеивают через сито с сеткой 0071. Остаток на сетке сита растирают и снова просеивают. Полученная смесь содержит 10% хлористого натрия, 0,25% висмута, 0,01% кобальта.

Количество приготовленной буферной смеси может быть увеличено. Буферную смесь допускается готовить введением соответствующих количеств азотнокислых растворов висмута и кобальта в смесь графитового порошка с хлористым натрием.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Анализ селена (с массовой долей основного компонента от 97,5 до 99,0 %)

4.1.1. Пробы и стандартные образцы для градуировки смешивают с буферной смесью в соотношении 1 : 2 (200 мг пробы и 400 мг буферной смеси) в фарфоровой (или агатовой) ступке в течение 30—35 мин и набивают кратеры графитовых электродов, предварительно обожженных в течение 10—15 с в дуге переменного тока силой 10—12 А. Электроды марки ОСЧ-7—4 предварительно не обжигают. От каждой пробы и стандартного образца для градуировки берут две навески и готовят по три электрода.

4.1.2. Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель при ширине щели спектрографа 0,012 мм. Освещение щели — трехлинзовым или однолинзовым конденсором. Промежуточную диафрагму устанавливают в зависимости от чувствительности фотопластинок.

Испарение пробы и возбуждение спектра производят в дуге переменного тока при 7—8 А, дуговой промежуток — 2,5 мм, время экспозиции — 75 с.

В правую часть кассеты вкладывают пластинку типа I размером 9×6 см, в левую, вплотную к ней, — пластинку типа II, ЭС или УФШ размером 9×12 см.

В спектрограммах первого стандартного образца для градуировки линия селена 241,35 нм должна разрешаться с линией железа 241,33 нм (в наиболее ослабленной ступеньке).

Фотографируют на одной паре пластинок по три спектра каждой анализируемой пробы и стандартных образцов. Повторяют съемку на второй паре пластинок.

Пластинку проявляют при температуре (20±1)°С (время проявления указано на упаковке пластинки), фиксируют, промывают в течение 18—20 мин в проточной воде, споласкивают дистиллированной водой и высушивают.

Если из-за плохого пропускания оптикой спектрографа коротковолновой части ультрафиолетовой области спектра или недостаточной чувствительности фотоматериала линии мышьяка и теллура в спектрах стандартных образцов с наименьшим содержанием примесей имеют малую плотность почернения (менее 0,10), то определение этих элементов следует провести на отдельной фотопластинке. Для этого фотографируют спектры проб и стандартных образцов в условиях, указанных выше, но на одно и то же место фотопластинки снимают спектры трех-пяти электродов. При этом следует учитывать фон, если его почернение в спектре сравнимо с почернением аналитической линии.

4.1.3. *Фотометрирование спектрограмм*

Фотометрирование спектрограмм проводят на микрофотометре при ширине щели не более 0,2 мм.

На полученных спектрограммах измеряют плотности почернения аналитических линий определяемых элементов ($S_{пр}$) и линии элементов, служащих внутренним стандартом ($S_{ср}$), длины волн которых приведены ниже.

Для фотометрирования следует выбрать те ступеньки ослабления, в которых плотности почернения измеряемых линий лежат в области нормальных.

Линия примеси, нм		Линия сравнения, нм	
Медь	327,40	Кобальт	304,40
Медь	282,40	Кобальт	304,40
Железо	304,76	Кобальт	304,40
Железо	259,96	Кобальт	242,49
Свинец	283,31	Висмут	289,80
Свинец	266,32	Висмут	269,66
Ртуть	253,65	Селен	241,35

Теллур	238,58	Селен	241,35
Мышьяк	234,98	Селен	241,35
Магний	280,27	Висмут	289,80
Алюминий	308,21	Селен	241,35

Допускается использование в качестве линии сравнения фона около линии определяемого элемента, если плотность его не менее 0,20.

4.1.4. *Обработка результатов*

Вычисляют разность почернений $\Delta = S_{пр} - S_{ср}$, находят среднее арифметическое ΔS_m для трех спектров каждого стандартного образца и пробы. По найденным значениям ΔS_m для стандартных образцов строят градуировочный график в координатах $\Delta S - \lg C$, где C — массовая доля примесей в стандартных образцах в процентах. По графику находят массовую долю примесей, соответствующую вычисленным для проб величинам ΔS_m.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, полученных из двух навесок по трем спектрограммам, снятых на двух парах пластинок.

4.2. Анализ селена (с массовой долей основного компонента свыше 99,0 %)

4.2.1. Приготовление стандартных образцов для градуировки приведено в обязательном приложении 1.

Для разбавления проб и стандартных образцов для градуировки используют буферную смесь, приготовленную по п. 3.2.

4.2.2. Пробы и стандартные образцы смешивают с буферной смесью в фарфоровой (или агатовой) ступке в соотношении 2 : 1 (600 мг пробы и 300 мг буферной смеси) в течение 30—35 мин. Подготовленными пробами и стандартными образцами набивают кратеры графитовых электродов. От каждой пробы и стандартного образца берут две навески и готовят по три электрода.

4.2.3. Фотографирование спектров, фотометрирование спектрограмм и обработка результатов — по пп. 4.1.2—4.1.4.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУРЬМЫ

5.1. Анализ селена (с массовой долей железа не более 0,02 %)

5.1.1. Приготовление образцов приведено в обязательном приложении 1.

5.1.2. Для приготовления буферной смеси перетирают в фарфоровой чашке 0,28 г окиси висмута с 0,72 г графитового порошка (первая смесь). Во вторую фарфоровую чашку помещают 1 г хлористого натрия и добавляют воды до растворения всей соли. В полученный раствор вводят 8,90 г графитового порошка и

0,10 г первой смеси, все перемешивают и высушивают на плитке. Полученную смесь растирают до однородной массы 30—40 мин. Приготовленная буферная смесь содержит 10% хлористого натрия и 0,25% висмута.

Буферную смесь можно приготовить введением соответствующего количества раствора азотнокислого висмута в смесь графитового порошка с хлористым натрием.

Количество одновременно приготовляемой буферной смеси в зависимости от потребности может быть увеличено.

5.1.3. *Подготовка к анализу*

Анализируемые пробы и стандартные образцы для градуировки смешивают с буферной смесью в весовом соотношении 2 : 1 (600 мг пробы и 300 мг буферной смеси). Смешивание проводят в ступке в течение 30—40 мин, после чего набивают полученной смесью кратеры графитовых электродов, предварительно обожженных в течение 10—15 с в дуге переменного тока силой 10—12 А. От каждой пробы и стандартного образца берут две навески и готовят по три электрода.

5.1.4. *Фотографирование спектра*

Фотографирование спектров производят на спектрографе с трехлинзовым или однолинзовым конденсором через трехступенчатый ослабитель. Ширина щели спектрографа — 0,012 мм, промежуточная диафрагма — круглая. Дуговой промежуток — 2,5 мм.

В кассету помещают пластинку типа II или ЭС. Пластинки подбирают по чувствительности такими, при которых почернения фона в спектре около линии сурьмы 259,81 нм были не менее 0,10 (при фотографировании спектров в установленных настоящим стандартом условиях).

Испарение пробы и возбуждение спектра проводят в дуге переменного тока при 7—8 А, время экспозиции — 75 с.

Фотографируют на одной пластинке по три спектра каждой пробы и стандартного образца. Съемку повторяют на второй пластинке.

Пластинку проявляют (время проявления указано на упаковке пластинки) при (20±1)°С, фиксируют, промывают 18—20 мин в проточной воде, споласкивают дистиллированной водой и высушивают.

5.1.5. *Фотометрирование спектрограмм и обработка результатов анализа*

Фотометрирование проводят при ширине щели микрофотометра не более 0,2 мм.

Измеряют плотности почернений линий сурьмы — 259,81 нм и висмута — 269,66 нм, выбирая для фотометрирования ту из ступенек ослабления, в которой плотности почернения измеряемых линий лежат в области нормальных.

Вычисляют разность плотности почернений линии сурьмы и линии висмута ΔS, находят среднее арифметическое значение ΔS_m для трех спектров каждого стандартного образца и пробы. Построение градуировочного графика, определение массовой доли сурьмы и обработка результатов — по п. 4.1.4.

5.1.6. Массовую долю сурьмы от 0,002 до 0,05% в пробах, в которых железа не более 0,02%, допускается определять также по спектрам, получаемым при определении массовой доли примесей в селене, как приведено в разд. 3, при условии введения сурьмы в стандартные образцы.

5.2. Анализ селена (с массовой долей железа более 0,02%)

5.2.1. Приготовление стандартных образцов для градуировки приведено в обязательном приложении 1.

5.2.2. *Приготовление буферной смеси*

В фарфоровую чашку помещают 1 г хлористого натрия и добавляют воды до растворения всей соли. В полученный раствор вводят 0,20 г окиси висмута и 8,80 г графитового порошка, все перемешивают и высушивают на плитке. Сухой порошок тщательно перемешивают и перетирают. В приготовленной буферной смеси 2% окиси висмута, 10% хлористого натрия.

5.2.3. Подготовка проб и стандартных образцов — по п. 5.1.3.

5.2.4. *Фотографирование спектров*

Спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель при ширине щели спектрографа 0,012 мм. Освещение щели — трехлинзовым конденсором. Допускается замена трехлинзового конденсора однолинзовым, а также первого конденсора ахромата (f=75 мм) неахроматизированным конденсором с тем же фокусным расстоянием.

Промежуточная диафрагма — круглая.

Дуговой промежуток — 2,5 мм.

В левую часть кассеты (в сторону коротковолновой части спектра) вкладывают пластинку типа II или ЭС, сенсибилизированную раствором салицилового натрия в этиловом спирте (справочное приложение 2). Пластинки подбирают так, чтобы почернения фона около линии сурьмы 231,15 нм были не менее 0,20.

Испарение пробы и возбуждение спектра производят в дуге переменного тока при 7—8 А, время экспозиции 75 с.

Съемку повторяют на второй пластинке.

5.2.5. *Фотометрирование спектрограмм и обработка результатов*

Измеряют плотности почернения линии сурьмы 231,15 нм и линии висмута 240,09 нм, выбирая для фотометрирования те ступеньки, в которых почернения измеряемых линий лежат в области нормальных.

Вычисляют разность почернений линии сурьмы и линии висмута ΔS. Находят среднее арифметическое ΔS_m для трех спектров каждой анализируемой пробы и стандартного образца.

Построение градуировочного графика, определение массовой доли сурьмы и обработка результатов — по п. 4.1.4.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ГРАДУИРОВКИ

1. Стандартные образцы для градуировки, приготовленные на каждом предприятии по приведенной методике, должны быть аттестованы в установленном порядке.

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

3. Приготовление стандартных образцов для градуировки из окислов металлов при анализе селена с массовой долей основного компонента от 97,5 до 99%.

3.1. Реактивы

Селен высокой чистоты по ГОСТ 6738—71.
Теллур высокой чистоты по ГОСТ 18428—81.
Меди (I) окись по ГОСТ 16539—79.
Свинца (II) окись по ГОСТ 9199—77.
Железа окись по ГОСТ 4173—77.
Ртути окись желтая по ГОСТ 5230—74.
Мышьяковистый ангидрид.
Окись алюминия активная по ГОСТ 8136—76.
Магния окись по ГОСТ 4526—75.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

3.2. Приготовление образцов

Навески предварительно измельченных и просеянных через сито 0071К массой: 0,138 г — окиси меди, 0,118 г — окиси свинца, 1,587 г — окиси железа, 0,398 г — окиси ртути, 0,483 г — мышьяковистого ангидрида, 0,703 г — окиси алюминия, 0,182 г — окиси магния, 1,850 г — теллура помещают в ступку и перемешивают. Для получения более однородной массы используют этиловый спирт из расчета 1—1,5 $см^3$ на 1 г смеси. Перетирают до высушивания смеси.

Допускается использование механических смесителей типа СМБ.

От полученной смеси отбирают навеску массой 1,0 г и растирают в ступке с 2,35 г селена-основы.

Полученный головной образец с массовой долей железа 6%, по 0,6% свинца, меди, магния, 10% теллура, по 2% алюминия, мышьяка, ртути.

Рабочие образцы для градуировки готовят последовательным разбавлением головного стандартного образца сначала в 10 раз, а затем каждого последующего в 2—2,5 раза селеном-основой.

Состав стандартных образцов для градуировки приведен в табл. 1.

Таблица 1

Номера стандартных образцов	Массовая доля примеси, %			
	магния, меди, свинца	железа	ртути мышьяка, алюминия	теллура
1—1	0,06	0,6	0,2	1,0
2—1	0,03	0,3	0,1	0,5
3—1	0,012	0,12	0,04	0,2
4—1	0,0048	0,048	0,016	0,08
5—1	0,0024	0,024	0,008	0,04
6—1	0,0012	0,012	0,004	0,02

В зависимости от состава анализируемых проб допускается изменение массовой доли или исключение отдельных примесей с соответствующим пересчетом состава.

4. Приготовление стандартных образцов из растворов металла.

4.1. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.
Кислота винная по ГОСТ 5817—77.
Медь по ГОСТ 859—78.
Свинец по ГОСТ 3778—77.
Железо восстановленное.
Ртуть по ГОСТ 4658—73.
Теллур по ГОСТ 18428—81.
Алюминий по ГОСТ 11068—74.
Магний по ГОСТ 804—72.
Селен по ГОСТ 6738—71.
Меди окись по ГОСТ 16539—79.
Свинца окись по ГОСТ 9199—77.
Железа окись по ГОСТ 4173—77.
Ртути окись желтая по ГОСТ 5230—74.
Окись алюминия активная по ГОСТ 8136—76.
Магния окись по ГОСТ 4526—75.
Сурьма трехокись.
Мышьяковистый ангидрид.
Медь азотнокислая.
Свинец (II) азотнокислый по ГОСТ 4236—77.
Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111—74.
Ртуть азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520—78.
Алюминий азотнокислый 9-водный по ГОСТ 3757—75.
Магний азотнокислый по ГОСТ 11088—75.
Медь (II) углекислая основная по ГОСТ 8927—79.
Свинец углекислый по ГОСТ 10275—74.
Магний углекислый основной водный по ГОСТ 6419—78.
Растворы:
азотнокислой меди — 2 мг меди в 1 $см^3$,
азотнокислого свинца — 2 мг свинца в 1 $см^3$,
азотнокислого железа — 20 мг железа в 1 $см^3$,
азотнокислой ртути — 2 мг ртути в 1 $см^3$,
азотнокислого теллура — 10 мг теллура в 1 $см^3$,
азотнокислого алюминия — 10 мг алюминия в 1 $см^3$,
азотнокислого магния — 2 мг магния в 1 $см^3$.

Перечисленные растворы готовят растворением рассчитанных количеств металлов, их окислов, азотнокислых или углекислых солей в азотной кислоте, упаривают до влажных солей. Влажные остатки растворяют в воде, растворы переводят в мерные колбы, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор мышьяка: растворяют 0,264 г водорастворимой модификации мышьяковистого ангидрида в воде, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор содержит 2 мг мышьяка в 1 $см^3$.

4.2. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают по 15 $см^3$ азотнокислых растворов железа, магния, меди, свинца, 10 $см^3$ раствора алюминия, доливают до метки водой и перемешивают.

Смесь 1: навеску графитового порошка массой 6,40 г помещают в фарфоровую чашку, приливают 20 $см^3$ приготовленного раствора и высушивают. В полученный порошок добавляют последовательно по 10 $см^3$ азотнокислых растворов ртути, теллура и 10 $см^3$ раствора мышьяка, высушивая смесь после введе-

ния каждого раствора до удаления запахов окислов азота (после введения раствора ртути высушивать при температуре не выше 50°С).

Смесь 2 смесь 1 перемешивают с селеном-основой в весовом соотношении 2 1 Полученная смесь представляет собой стандартный образец 1—1 (табл 1)

Серию образцов для градуировки готовят разбавлением смеси 1 и каждого из последующих градуировочных образцов графитовым порошком в 2—2,5 раза Каждый из приготовленных градуировочных образцов смешивают с селеном-основой в весовом соотношении 2 1 Содержание примесей в полученных образцах рассчитывают после смешения с селеном-основой. Стандартные образцы по расчету содержат количества примесей, приведенные в табл 1

5. Приготовление стандартных образцов для градуировки из окислов металлов при анализе селена с массовой долей основного компонента свыше 99%

5 1 Подготовка основы стандартных образцов для градуировки

В качестве основы стандартных образцов используют селен высокой чистоты Проверяют содержание определяемых примесей в основе измельченный селен просеивают через сито с сеткой 0071К и набивают в три графитовых электрода, имеющих кратер диаметром 3,8—4 мм, глубиной 4—5 мм, предварительно отожженных вместе с противоэлектродами в дуге переменного тока при 18 А в течение 20 с

Спектры селена фотографируют на спектрографе с трехлинзовой или однолинзовой осветительной системой при ширине щели 0,012 мм на пластинку типа II или ЭС Испарение пробы и возбуждение спектра проводят в дуге переменного тока при 18 А Время экспозиции 30 с После проявления и фиксирования пластинки проверяют наличие в полученных спектрограммах аналитических линий определяемых элементов

Если эти линии обнаружены, то после приготовления стандартных образцов следует определять массовые доли примесей в основе методом добавок (обязательное приложение 3)

Характеристическую кривую допускается строить по спектрам стандартных образцов, снятых через трехступенчатый ослабитель (справочное приложение 4)

5 2 Реактивы — по п 3 1

5 3 Приготовление стандартных образцов

Навески предварительно измельченных и просеянных через сито 0071 массой 0,715 г — окиси железа, 0,125 г — окиси меди, 0,540 г — окиси свинца, 0,540 г — окиси ртути, 0,657 г — мышьяковистого ангидрида, 0,833 г — окиси магния, 0,188 г — окиси алюминия, 2,00 г — теллура, 4,40 г — селена-основы помещают в фарфоровую ступку и перемешивают Для получения более однородной массы используют этиловый спирт из расчета 1,0—1,5 $см^3$ на 1 г смеси, после чего перетирают до высушивания

От приготовленной смеси берут навеску массой 0,5 г и растирают в ступке с 4,5 г селена-основы Полученный головной образец содержит по 0,1% алюминия, меди, по 0,5% железа, свинца, ртути, мышьяка, магния, 2% теллура

Рабочие образцы для градуировки готовят последовательным разбавлением головного стандартного образца сначала в 10 раз, а затем каждого последующего — 2—2,5 раза селеном-основой.

Состав стандартных образцов для градуировки приведен в табл 2.

В зависимости от состава анализируемых проб допускается изменение массовой доли или исключение отдельных примесей с соответствующим пересчетом состава.

Таблица 2

Номер стандартных образцов	Массовая доля примеси, %		
	алюминия, меди	железа, магния, мышьяка, ртути, свинца	теллура
1—2	0,01	0,05	0,2
2—2	0,004	0,02	0,08
3—2	0,002	0,01	0,04
4—2	0,001	0,005	0,02
5—2	0,0005	0,0025	0,01
6—2	0,0002	0,001	0,004
7—2	—	0,0005	0,004

6. Приготовление стандартных образцов из растворов металлов

6.1. Реактивы и растворы

Реактивы и растворы — по п. 4.1.

Раствор азотнокислого железа: 2 мг железа в 1 см^3.

6.2. Приготовление образцов

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 5 см^3 азотнокислых растворов меди и алюминия, по 25 см^3 азотнокислых растворов магния, железа и свинца, доводят до метки водой и перемешивают.

Смесь 1: навеску графитового порошка массой 6,60 г помещают в фарфоровую чашку, добавляют 10 см^3 приготовленного раствора и высушивают. В полученный порошок добавляют последовательно по 2,5 см^3 растворов мышьяка и ртути, 2,0 см^3 азотнокислого раствора теллура, высушивая смесь после введения каждого раствора (после введения ртути высушивают при температуре не выше 50°С).

Смесь 2: смесь 1 перемешивают с селеном-основой в весовом соотношении 2 : 1. Полученная смесь представляет собой стандартный образец 1—2.

Серию образцов для градуировки готовят разбавлением смеси 1 и каждого из последующих градуировочных образцов графитовым порошком в 2—2,5 раза. Каждый из приготовленных градуировочных образцов смешивают с селеном-основой в весовом соотношении 2 : 1. Содержание примесей в полученных образцах рассчитывают после смешения с селеном-основой. Стандартные образцы по расчету содержат количества примесей, приведенные в табл. 2.

7. Приготовление стандартных образцов для градуировки при определении массовой доли сурьмы

7.1. Реактивы

Селен по ГОСТ 6738—71.

Сурьмы трехокись.

7.2. Приготовление образцов

Навески предварительно измельченных и просеянных через сито 0071 селена-основы массой 4,40 г и трехокиси сурьмы массой 0,60 г перемешивают в фарфоровой ступке. В полученной смеси содержится 10% сурьмы. Последовательным разбавлением этой смеси селеном-основой (не более чем в 10 раз за один прием) готовят стандартные образцы для градуировки, содержащие 0,1; 0,05; 0,02; 0,01; 0,005 и 0,002% сурьмы.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

СЕНСИБИЛИЗАЦИЯ ПЛАСТИНОК

Оптическая сенсибилизация готовых сухих пластинок проводится методом «купания»

Пластинки, подвергаемые сенсибилизации по методу «купания», предварительно промывают в дистиллированной воде в течение 5 мин. Это необходимо для более равномерного проникновения сенсибилизации.

Далее пластинка погружается на 30 с в 5%-ный раствор салициловокислого натрия в 96%-ном этиловом спирте и, после вытирания непокрытой эмульсией стороны пластинки, сушится. Такая пластинка еще не сенсибилизирована и может сохраняться в таком виде довольно долго. Для сенсибилизации достаточно погрузить ее в воду или в 30%-ный спирт. Пленка сенсибилизатора, образовавшаяся на пластинке, при этом растворяется и раствор ее, диффундируя во внутрь слоя пластинки, вызывает сенсибилизацию.

Продолжительность действия сенсибилизирующего раствора на светочувствительный слой колеблется в пределах 2—5 мин (увеличение времени вызывает вуаль на пластинке).

Температура раствора не должна превышать 20°С, необходимо при этом энергичное покачивание ванны.

После сенсибилизации применяют промывку (около 5 мин) в водно-спиртовой смеси (2 : 1), а затем в чистом спирте для ускорения сушки. Скорость сушки сенсибилизированной пластинки 15—20 мин, удобно применять подогреваемый не более чем до 30—35 °С воздух.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПРИМЕСЕЙ В ОСНОВЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ГРАДУИРОВКИ МЕТОДОМ ДОБАВОК

1. Основу стандартных образцов и образцов 6—2, 5—2, 4—2, 3—2 смешивают с буферной смесью по п. 4.2.2 настоящего стандарта и набивают в кратеры графитовых электродов, предварительно обожженных в течение 10 с при 18 А в дуге переменного тока. Диаметр кратера электрода 3,8—4 мм, глубина 4—5 мм.

Спектры фотографируют на спектрографе с трехлинзовой системой освещения щели через трехступенчатый ослабитель при ширине щели 0,012 мм на пластинку типа II или ЭС. Испарение пробы и возбуждение спектра в дуге переменного тока при 18 А. Время экспозиции 30 с. На одной пластинке фотографируют по три спектра каждого градуировочного образца и основы. На эту же пластинку фотографируют спектр первого градуировочного образца через девятиступенчатый ослабитель.

2. Вместо построения характеристической кривой фотопластинки по спектру, сфотографированному через девятиступенчатый ослабитель, допускается строить кривую по самим спектрам градуировочных образцов, снятых через трехступенчатый ослабитель (справочное приложение 4).

3. Съемку спектров повторяют на второй пластинке.

Проявление и фиксирование проводят как указано в п. 4.1 2 настоящего стандарта.

По полученным спектрограммам определяют массовые доли примесей в основе методом добавок.

Строят график зависимости интенсивности аналитических линий от величины содержания примеси в стандартном образце. Экстраполированием градуировочного графика до пересечения его с осью абсцисс определяют содержание примесей в основе стандартных образцов.

Результаты анализа, полученные как среднее арифметическое результатов на двух пластинках, прибавляют к расчетному содержанию примесей в градуировочных образцах.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Справочное

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

На фотометре измеряют почернение линии определяемого элемента в спектрах градуировочных образцов во всех трех ступеньках ослабителя. Обозначают условно эти ступеньки как 100, 50 и 10%. Вычисляют разность почернения линий в 100 и 50%-ной ступеньках ΔS_{100-50}. Для тех спектров, в которых две ступеньки ослабленья лежат в области нормальных почернений, эта разность является постоянной величиной, равной

$$\Delta S_{100-50} = \gamma \Delta \lg J_{100-50},$$

где γ — фактор контрастности фотопластинки:
$\Delta \lg J_{100-50}$ — разность пропускаемости ступенек ослабителя (по паспорту).

Оси ординат наносят на миллиметровую бумагу, откладывая по оси ординат почернения в масштабе 1мм=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 пластинка типа ЭС). От точки *1* отсчитывают вправо число миллиметров, равное разности пропускаемости 100 и 50%-ных ступенек ослабителя (по паспорту ослабителя), умноженной на 100, и ставят точку *2*.

От полученной точки *2* откладывают вверх число миллиметров, равное средней величине разности почернений (ΔS_{100-50}), умноженной 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 характеристическои кривой.

В тех случаях, если 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 первая из ступенек лежит в нормальной области, 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 миллиметров, 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 $\lg J$ в масштабе 1 мм=0,01 единицы, начиная от произвольно выбранного начала координат.

gost.e-ecolog.ru