

Изменение № 3 ГОСТ 9816.2—84 Теллур технический. Методы определения селена

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 45-П от 25.06.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9382

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, RU, TJ [коды альфа-2 — по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации¹

Вводная часть. Заменить значение: «от 0,005 до 0,2 %» на «от 0,005 % до 0,15 %»; «от 0,2 до 2 %» на «от 0,15 % до 2,0 %».

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б:

«1а. 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 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5848—73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты

2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.

Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ ИСО 5725-6—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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

** 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».

¹ Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым 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.

16. Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли селена соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли селена	Показатель точности $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости R
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,001	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,007	0,007	0,010
» 0,06 » 0,15 »	0,03	0,02	0,04
» 0,15 » 0,30 »	0,06	0,06	0,09
» 0,30 » 1,00 »	0,10	0,10	0,14
» 1,0 » 2,0 »	0,4	0,4	0,6

Подраздел 2.1. Заменить значение: 315—335 на 315.

Подраздел 2.2 изложить в новой редакции:

«2.2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотометр фотоэлектрический со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 315 нм;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- баню водяную;
- колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—200—2, 2—500—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-1—100—24/29 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—50 ТХС, В-1—100 ТХС, В-1—200 ТХС по ГОСТ 25336;
- делительные воронки ВД-1—100 ХС по ГОСТ 25336;
- пробирки П2Т-60—250 ХС по ГОСТ 25336;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту муравьиную по ГОСТ 5848;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- кислоту лимонную по ГОСТ 3652, раствор массовой концентрации 400 г/дм³, свежеприготовленную;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³;

- бензол по ГОСТ 5955;
- толуол по ГОСТ 5789, перегнанный;
- селен по ГОСТ 10298 или по другим нормативным документам;
- орто-фенилендиамин, индикатор по [1], раствор массовой концентрации 10 г/дм³, свежеприготовленный;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- фильтры обеззоленные по [2] или аналогичные;
- бумагу индикаторную универсальную по [3]».

Раздел 2 дополнить подразделом — 2.2а:

«2.2а. Подготовка к проведению измерений

2.2а.1. Для построения градуировочного графика готовят растворы селена известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации селена 0,1 мг/см³ навеску селена массой 0,0500 г помещают в стакан вместимостью 100 (200) см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, 5—7 капель азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения селена. Затем приливают 20 см³ воды и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 15 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации селена 0,01 мг/см³ 10,0 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

2.2а.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов (колб) вместимостью 100 см³ каждый помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 7,0 см³ раствора Б и 1,5 см³ раствора А, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,07 и 0,15 мг селена, и продолжают, как указано в 2.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

В качестве раствора сравнения применяют бензол или толуол».

Пункты 2.3.2, 2.4.2 исключить.

Пункт 2.4.1. Формулу изложить в новой редакции (кроме экспликации):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000};$$

экспликацию дополнить абзацами:

« m_2 — масса селена в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, мг;
1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы».

Подраздел 3.2 изложить в новой редакции:

«3.2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- баню водяную;
- колбы Кн-2—250—29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—400 ТХС, В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336;
- бюретки I—1—2—25—0,1; I—2—25—0,1; I—2—50—0,1 по ГОСТ 29251;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:9;
- натрия гидроксид (натрия гидроокись) по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 200 г/дм³;
- калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой концентрации 50 г/дм³;

- крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой концентрации 5 г/дм³;
- мочевины по ГОСТ 6691;
- натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм³;
- гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456;
- фенолфталеин, индикатор по [4], раствор 1 г/дм³;
- селен по 10298 или по другим нормативным документам;
- фильтры обеззоленные по [2] или аналогичные;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026 марок Ф, ФС».

Раздел 3 дополнить подразделом — 3.2а:

«3.2а. Подготовка к проведению измерений

3.2а.1. При приготовлении раствора растворимого крахмала массовой концентрации 5 г/дм³ навеску крахмала массой 0,5 г размешивают в 10 см³ воды до получения однородной кашицы, смесь медленно сливают при перемешивании в 90 см³ кипящей воды и кипятят в течение от 2 до 3 мин, охлаждают. Раствор применяют свежеприготовленным.

3.2а.2. При приготовлении раствора серноватистокислового натрия (тиосульфат натрия) молярной концентрации 0,05 моль/дм³ навеску соли массой 12,5 г растворяют в 200 см³ прокипяченной воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки прокипяченной и охлажденной водой и перемешивают. Раствор выдерживают перед употреблением в течение 5—7 сут.

3.2а.3. Установление массовой концентрации раствора тиосульфата натрия

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом: навеску селена массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают от 10 до 12 см³ соляной кислоты, 1 см³ азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом (крышкой) и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают его над колбой водой, приливают от 80 до 100 см³ горячей воды, прибавляют 4—4,5 г мочевины и перемешивают.

Через 15—20 мин раствор охлаждают и нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроксида натрия до щелочной реакции. К раствору приливают от 20 до 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и охлаждают. Затем полученный раствор титруют раствором тиосульфата натрия в объеме от 21 до 23 см³ (прибавляют его при перемешивании, постепенно небольшими порциями). После этого приливают к раствору 2—3 см³ раствора йодистого калия с массовой концентрацией 50 г/дм³, 2—3 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия C , выраженную в граммах селена на 1 см³ раствора, г/см³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески селена, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, с учетом контрольного опыта, см³».

Пункт 3.4.1. Формула и экспликация. Заменить обозначение: T на C .

Пункты 3.4.2, 3.4.3 исключить.

Стандарт дополнить разделами — 4—6:

«4. За результат измерений принимают среднеарифметическое 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 таблице 1.

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

5. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значения предела воспроизводимости, приведенного в таблице 1 при доверительной вероятности $P = 0,95$. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6.

6. При разногласиях в оценке массовой доли селена применяют экстракционно-фотометрический метод».

Стандарт дополнить элементом — «Библиография»:

«Библиография»

- | | |
|---|--|
| [1] Технические условия
ТУ 6-09-0512—91 | Орто-фенилендиамин солянокислый, индикатор |
| [2] Технические условия
ТУ 264221-001-05015242—07* | Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты) |
| [3] Технические условия
ТУ 6-09-1181—89 | Бумага индикаторная универсальная для определения рН 1-10 и 7-14 |
| [4] Технические условия
ТУ 6-09-5360—88 | Фенолфталеин. |

* Действует на территории Российской Федерации.

(ИУС № 3 2015 г.)