

Изменение № 2 ГОСТ 20996.8—82 Селен технический. Метод определения меди

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 76-П от 27.03.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10872

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

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Стандарт дополнить разделами — 1а — 1б (перед разделом 1):

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20996.0—2014 Селен технический. Общие требования к методам анализа

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 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 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 ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

П р и м е ч а н и е — 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.

1б. Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли меди 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.

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—11—01.

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

В процентах

Диапазон измерений массовой доли меди	Показатель точности $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0003	0,0003	0,0005
Св. 0,0030 » 0,0060 »	0,0007	0,0007	0,0010
» 0,006 » 0,010 »	0,001	0,001	0,002
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,002	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,003	0,003	0,005

Раздел 2 изложить в новой редакции:

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны от 420 до 440 нм;
 - весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
 - колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
 - стаканы В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
 - стекло часовое;
 - плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С или аналогичную;
 - воронки делительные ВД-1—250 ХС по ГОСТ 25336;
 - пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.
- При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
 - воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
 - кислоту азотную по ГОСТ 4461;
 - кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 3:1 и 1:1;
 - аммиак водный по ГОСТ 3760;
 - железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрацией 100 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 3:1;
 - хлороформ по ГОСТ 20015;
 - медь по ГОСТ 859;
 - диэтилдитиокарбамат свинца (II) по [2], раствор массовой концентрацией 0,5 г/дм³ в хлороформе;
 - бумагу индикаторную универсальную по [3].

Стандарт дополнить разделом — 3а (перед разделом 3):

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. При приготовлении раствора диэтилдитиокарбамат свинца (II), массовой концентрацией 0,5 г/дм³ в хлороформе: 0,5 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют от 200 до 300 см³ хлороформа и перемешивают до растворения навески. Разбавляют хлороформом до метки и снова перемешивают. Раствор хранят в темном месте в склянке из темного стекла.

3а.2. Для построения градуировочного графика готовят растворы меди известной концентрации

При приготовлении раствора А массовой концентрации меди 0,1 мг/см³ навеску меди массой 0,1000 г растворяют в 5—8 см³ азотной кислоты, выпаривают раствор до небольшого объема, приливают от 20 до 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, приливают от 40 до 50 см³ воды и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации меди 0,01 мг/см³ аликвоту 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

За.3. Построение градуировочного графика

В семь делительных воронок, вместимостью 250 см³ каждая, помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг меди. Добавляют по 0,5 см³ хлорного железа, от 50 до 60 см³ воды и далее проводят анализ по 3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий медь».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции (таблицу исключить):

«4.2. 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 наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3:

«4.3. Абсолютное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$). При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.5.3)».

Стандарт дополнить элементом «Библиография»:

«Библиография

- | | |
|--|---|
| [1] Технические условия
ТУ 4389-001-44330709—2008 | Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304 |
| [2] Технические условия
ТУ 4389-001-44330709—2008 | Свинец (II) диэтилдитиокарбамат |
| [3] Технические условия
ТУ 6-09-1181—89 | Бумага индикаторная универсальная для определения
рН 1—10 и 7—17». |

(ИУС № 5 2016 г.)