

Изменение № 2 ГОСТ 20996.10—82 Селен технический. Метод определения теллура
Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14.11.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10104

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

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

Вводную часть изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения теллура (при массовой доле теллура от 0,03 % до 0,6 %)».

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

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 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 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8864—71 Реактивы. Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 20996.0—82 Селен технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 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 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.

1б. Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли теллура 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.

* 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».

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

Т а б л и ц а 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли теллура

В процентах

Диапазон измерений массовой доли теллура	Показатель точности $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,030 до 0,060 включ.	0,006	0,006	0,009
Св. 0,060 » 0,150 »	0,010	0,008	0,014
» 0,15 » 0,30 »	0,01	0,01	0,02
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,03	0,05

Раздел 2 изложить в новой редакции:

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 410—420 нм;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1-250 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 соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор массовой концентрации 10 г/дм³;
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор массовой концентрации 10 г/дм³;
- метилкрезоловый фиолетовый, индикатор 1 г/дм³ в спирте;
- теллур по [1], [2]».

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

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. Для построения градуировочного графика готовят растворы теллура известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации теллура 1 мг/см³ навеску теллура массой 0,1 помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают от 8 до 10 см³ соляной кислоты, прибавляют от 5 до 8 капель азотной кислоты и нагревают до растворения навески. Охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации теллура 0,1 мг/см³ аликвоту 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3а.2. Построение градуировочного графика

В шесть делительных воронок вместимостью 200 см³ каждая помещают 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,15 мг теллура, доливают воды до 20 см³. К раствору добавляют 2—3 капли индикатора и нейтрализуют аммиаком до слабощелочной реакции (до фиолетовой окраски). Приливают 1 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и продолжают, как указано в 3.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

В качестве раствора сравнения используют раствор холостого опыта».

Пункты 3.2, 3.3.2. исключить.

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции:

«3.4.2. 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)».

Пункт 3.4.3 изложить в новой редакции:

«3.4.3. Абсолютное значение допускаемого 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».

Стандарт дополнить элементом — «Библиография»:

«Библиография»

- | | |
|--|--------------------------------------|
| [1] Технические условия
ТУ 48-6-99—87 | Теллур особой чистоты |
| [2] Технические условия
ТУ 6-04-65—82 | Теллур высокой чистоты. Марка ТВ-4». |

(ИУС № 7 2015 г.)