

## Изменение № 2 ГОСТ 9816.1—84 Теллур технический. Метод определения теллура

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 64-П от 27.02.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9130

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

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации<sup>1</sup>

Вводная часть. Заменить значение: 96 % на 96,0 %.

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 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Реактивы. Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовоокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9816.0—84 Теллур 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 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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  $P = 0,95$ ).

\* 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».

<sup>1</sup> Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

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

Т а б л и ц а 1

В процентах

Диапазон измерений массовой доли теллура	Показатель точности $\pm \Delta$	Предел (абсолютные значения)	
		повторяемости $r (n = 3)$	воспроизводимости $R$
От 96,0 и выше	0,5	0,5	0,7

Раздел 2 изложить в новой редакции:

**«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 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева от 100 °С до 105 °С;
- колбы мерные 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—500—29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—400 ТХС, В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336;
- бюретки I—2—25—0,1; I—2—50—0,1 по ГОСТ 29251;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1 и раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- соль закиси железа и аммония двойную сернокислую (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;
- калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;
- дифениламин-4-сульфокислоты натрия соль (дифениламиносульфонат натрия), индикатор по [1], раствор 2 г/дм<sup>3</sup>».

Стандарт дополнить разделом — 2а:

**«2а. Подготовка к проведению измерений**

2а.1. При приготовлении раствора соли Мора молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: фиксанал соли Мора или 39,2 г соли растворяют в 200 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор устойчив в течение трех месяцев.

2а.2. При приготовлении раствора двуххромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> фиксанал бихромата калия или 4,9032 г соли (предварительно перекристаллизованной и высушенной при температуре от 150 °С до 160 °С) растворяют в объеме от 200 до 300 см<sup>3</sup> воды, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор устойчив в течение года.

1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,006380 г теллура.

2а.3. При приготовлении раствора дифениламиносульфоната натрия с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup> 2 г дифениламиносульфоната натрия растворяют в 1000 см<sup>3</sup> воды. Раствор следует хранить в склянке из темного стекла.

**2а.4. Установление соотношения концентраций растворов калия двуххромовокислого и соли Мора**

В коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> помещают от 20 до 25 см<sup>3</sup> (из бюретки) раствора двуххромовокислого калия, прибавляют от 180 до 200 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 20 см<sup>3</sup> раствора серной

кислоты, разбавленной 1:1, 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и титруют раствором соли Мора в присутствии 1—2 см<sup>3</sup> раствора дифениламиносульфоната натрия до перехода окраски раствора от фиолетовой до зеленой».

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: «на кипящей водяной бане»; второй абзац. Исключить слова: «снимают с бани».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«4.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение трех параллельных определений при условии, что разность между наибольшим и наименьшим результатами в условиях повторяемости при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не превышает значений 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  $R$ , 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 6-09-07-348—75

Дифениламин-4-сульфофосфорной кислоты натриевая соль (дифениламиносульфонат натрия), индикатор».

(ИУС № 3 2015 г.)