

Изменение № 2 ГОСТ 20996.4—82 Селен технический. Метод определения мышьяка
Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 75-П от 27.02.2016)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10853

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 стандартизации*

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

«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 1973—77 Реактивы. Ангидрид мышьяковистый. Технические условия

ГОСТ 2156—76 Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4160—74 Реактивы. Калий бромистый. 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 5841—74 Реактивы. Гидразин серноокислый

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 20996.0—2014 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—2003** 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

Точность измерений массовой доли мышьяка 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—10—01.

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

В процентах

Диапазон измерений массовой доли мышьяка	Показатель точности $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,0020 до 0,0050 включ.	0,0009	0,0009	0,0014
Св. 0,0050 » 0,0100 »	0,0014	0,0015	0,0020
» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,007	0,007	0,010

Раздел 2 изложить в новой редакции:

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- установку для отгонки треххлористого мышьяка;
- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 750 нм;
- шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до 250 °С;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- стекло часовое;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- воронки делительные ВД-1—100 ХС, ВД-1—1000 ХС по ГОСТ 25336;
- воронки В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1; 1:3 и раствор молярной концентрации 12 моль/дм³;
- аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор массовой концентрации 10 г/дм³ в серной кислоте молярной концентрации 12 моль/дм³ (хранить в полиэтиленовой посуде);
- гидразин серноокислый по ГОСТ 5841, раствор массовой концентрации 1,5 г/дм³;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:1;
- восстановительную смесь;
- ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973;
- растворы мышьяка известной концентрации;
- натрия гидроксид (натрия гидроокись) по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 20 г/дм³;
- калий бромистый по ГОСТ 4160;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 3:1 и 1:1 (содержащую 0,1 моль йодистого калия в 1 дм³ раствора и очищенную от мышьяка);
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- калий йодистый по ГОСТ 4232;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- натрий двууглекислый безводный по ГОСТ 2156;
- фильтры обеззоленные по [1] или аналогичные;
- фенолфталеин по [2]».

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

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. При приготовлении раствора соляной кислоты, содержащей 0,1 моль йодистого калия в 1 дм³ раствора, очищенной от мышьяка, 500 см³ соляной кислоты помещают в делительную воронку вместимостью 1000 см³, прибавляют 25 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Органичес-

кий слой отделяют и отбрасывают. К водному раствору добавляют 25 см³ четыреххлористого углерода и снова встряхивают в течение 2 мин; органический слой отбрасывают. Кислоту очищают в день применения.

За.2. При приготовлении восстановительной смеси к 25 см³ раствора молибденовокислого аммония прибавляют 2,5 см³ сернистого гидразина, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Смесь используют свежеприготовленной.

За.3. Для построения градуировочного графика готовят растворы мышьяка известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации мышьяка 0,1 мг/см³ навеску мышьяковистого ангидрида массой 0,1320 г растворяют при слабом нагревании в 2—3 см³ раствора гидроксида натрия. Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют от 30 до 40 см³ воды, 1—2 капли фенолфталеина и серную кислоту, разбавленную 1:3 до обесцвечивания раствора. К полученному раствору прибавляют 1 г двууглекислого натрия, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации мышьяка 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.4. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью 100 см³ каждый помещают 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 мг мышьяка, добавляют от 3 до 5 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха. К полученному раствору добавляют от 35 до 40 см³ воды, кипятят и продолжают процедуры, как указано в 3.2 или 3.3. По полученным данным строят градуировочный график.

В качестве раствора сравнения используют раствор «холостого» опыта».

Пункт 3.4 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 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 264221-001-05015242—07* | Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты) |
| [2] Технические условия
ТУ 6-09-5360—87 | Фенолфталеин». |

* Действуют на территории Российской Федерации.