

Изменение № 2 ГОСТ 20996.9—82 Селен технический. Метод определения сурьмы
Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14.11.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10103

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*

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

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия
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 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотисто-кислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия
ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. 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

Точность измерений массовой доли сурьмы 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 сурьмы

В процентах

Диапазон измерений массовой доли сурьмы	Показатель точности $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости R
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,006	0,006	0,009

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 608—610 нм;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- стекло часовое;
- воронки делительные ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:10 и 3:1;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1, 1:10;
- олово двуххлористое 2-водное по [1], раствор массовой концентрации 200 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 3:1;
- натрий азотисто-кислый по ГОСТ 4197;
- мочевины по ГОСТ 6691;
- кристаллический фиолетовый по [2], раствор массовой концентрации 2 г/дм³;
- толуол по ГОСТ 5789;
- железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации 100 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 3:1;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- сурьму по ГОСТ 1089».

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

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. При приготовлении насыщенного раствора мочевины 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды.

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

При приготовлении раствора А массовой концентрации сурьмы 0,1 мг/см³ навеску сурьмы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают от 20 до 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, закрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации сурьмы 0,01 мг/см³ отбирают 10 см³ раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

При приготовлении раствора В массовой концентрации сурьмы 0,001 мг/см³ отбирают 10 см³ раствора Б и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

За.3. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью 100 см³ каждый помещают 0; 2,0; 5,0; 7,0 см³ раствора В и 1,0; 2,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,002; 0,005; 0,007; 0,01 и 0,02 мг сурьмы, приливают 1 см³ раствора хлорного железа, доливают соляной кислотой, разбавленной 3:1 до объема 10 см³, и далее выполняют в соответствии с 3.1».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«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 6-09-5393—88 | Олово (II) хлорид 2-водное (олово двуххлористое), чистый для анализа,
чистый |
| [2] Технические условия
ТУ 6-09-4119—75 | Кристаллический фиолетовый,
("N,N,N,N,N,N"-гексаметилпарарозанилин хлористый), квалификации
чистый для анализа». |

(ИУС № 7 2015 г.)