

Изменение № 3 ГОСТ 9816.3—84 Теллур технический. Методы определения серы

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 67-П от 30.05.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9246

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 стандартизации¹

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б:

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 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 3777—76 Реактивы. Барий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4108—77 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9816.0—84 Теллур технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

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

Показатель точности измерений массовой доли серы 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».

¹ 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 при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли серы	Показатель точности $\pm \Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости R
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0007	0,0007	0,0009
Св. 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001	0,002
» 0,006 » 0,015 »	0,003	0,002	0,004
» 0,015 » 0,030 »	0,005	0,005	0,007
» 0,030 » 0,060 »	0,010	0,010	0,014
» 0,06 » 0,15 »	0,020	0,02	0,03
» 0,15 » 0,30 »	0,05	0,05	0,07
» 0,30 » 0,60 »	0,08	0,08	0,11

Подраздел 2.1 изложить в новой редакции:

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающие проведение измерений при длине волны 364 нм;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2—25—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-1—100—24/29 ТХС, Кн-1—200—24/29 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—200 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336;
- тигли фильтрующие типа ТФ—32— ПОР 16 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронку Бюхнера 1 по ГОСТ 9147;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³;
- барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³;
- глицерин по ГОСТ 6259, раствор 100 г/дм³;
- калий сернокислый по ГОСТ 4145, перекристаллизованный;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- фильтры обеззоленные по [1] или аналогичные».

Раздел 2 дополнить подразделом — 2.1а:

«2.1а. Подготовка к проведению измерений

2.1а.1. Для приготовления перекристаллизованного сернокислого калия: навеску сернокислого калия массой 100 г помещают в стакан вместимостью 1000 см³ приливают 1000 см³ воды и растворяют при нагревании. Нерастворившийся остаток фильтруют из горячего раствора на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), остаток отбрасывают. Фильтрат выпаривают до появления кристаллов и охлаждают. Образовавшиеся кристаллы фильтруют на фильтрующий тигель (или воронку Бюхнера), переносят в фарфоровую чашку и сушат при температуре от 70 °С до 100 °С в течение 1—1,5 ч. Чашку с кристаллами охлаждают и повторяют перекристаллизацию. Полученные кристаллы соли после второй перекристаллизации сушат при комнатной температуре.

2.1а.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы серы.

При приготовлении раствора А массовой концентрации серы 0,1 мг/см³ навеску сернокислого калия массой 0,0544 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают от 50 до 60 см³ воды, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б устойчив в течение двух суток.

2.1а.3. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 25 см³ помещают 0; 0,5; 2,0; 4,0, 6,0 и 8,0 см³ раствора Б, 1 см³ раствора А, что соответствует 0,0; 0,005; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 мг серы, приливают от 3,5 до 4 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см³ воды, 10 см³ раствора глицерина и перемешивают. Затем приливают от 3 до 3,5 см³ хлористого бария, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30—40 мин раствор снова перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 364 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду. Градуировочный график строят с учетом контрольного опыта (раствор сравнения с нулевой концентрацией серы).

Пункт 2.2.1. Первый абзац после слов «азотной кислоты» изложить в новой редакции: «Стакан (колбу) накрывают часовым стеклом и оставляют без нагревания до прекращения бурной реакции. Затем раствор кипятят до удаления оксидов азота, снимают стекло, обмывают над стаканом (колбой) и раствор выпаривают досуха при умеренном нагревании не допуская разбрызгивания пробы».

Пункт 2.2.2 исключить.

Пункт 2.3.1. Формулу изложить в новой редакции (кроме экспликации):

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m \cdot 1000};$$

экспликацию дополнить абзацами:

« m_2 — масса серы в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, мг;
1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы».

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции:

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

Подраздел 3.1 изложить в новой редакции:

«3.1. 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 350 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева от 100 °С до 105 °С;
- печь муфельную с температурой нагрева до 1000 °С;
- баню водяную;
- колбы мерные 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—100—29/32, Кн-2—250—29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1—50 ХС по ГОСТ 25336;
- тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;
- эксикатор 2—100 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;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³;

- барий азотнокислый по ГОСТ 3777, насыщенный раствор;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации 0,1 г/дм³;
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- аммиак по ГОСТ 3760;
- трибутилфосфат по [2];
- смесь трибутилфосфата с четыреххлористым углеродом в соотношении 3:7;
- метиловый оранжевый, индикатор по [3], раствор 0,01 г/дм³;
- фильтры обеззоленные по [1] или аналогичные;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026, марок Ф, ФС».

Раздел 3 дополнить подразделом — 3.1 а:

«3.1а. Подготовка к проведению измерений

3.1а.1. При приготовлении раствора хлористого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ предварительно высушенную при температуре 120 °С до постоянной массы навеску соли массой 5,8440 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 100—150 см³ воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции:

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

Подраздел 3.3 дополнить пунктом — 3.3.2а:

«3.3.2а. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, изложенных 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 2435-305-05763458—2001	Трибутилфосфат
[3] Технические условия ТУ 6-09-5171—84	Метиловый оранжевый, индикатор (парадиметиламиноазобензолсульфо-кислый натрий) чистый для анализа».

* Действует на территории Российской Федерации.