ГОСТ 20996.5—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776:543.06:006.354

Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения органических веществ

ГОСТ 20996.5—82*

Selenium.
Method of organic materials determination

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения органических веществ (при массовой доле органических веществ 0,01—0,35 %).

Метод основан на растворении органических примесей в эфире или четыреххлористом углероде, удалении избытка растворителей при нагревании и последующем взвешивании осадка органических веществ.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Шкаф сушильный лабораторный.
Эфир диэтиловый медицинский.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску селена массой 5 или 10 г (в зависимости от массовой доли органических веществ) помещают в мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50 см^3, приливают 30—40 см^3 эфира или четыреххлористого углерода и интенсивно встряхивают 5 мин.

После разделения органический слой фильтруют через неплотный складчатый фильтр в предварительно высушенный и взвешенный стакан вместимостью 100 см^3, промывают цилиндр и фильтр 2—3 раза порциями по 3—5 см^3 растворителя.

Затем стакан помещают на водяную баню и осторожно выпаривают раствор досуха.

Стакан помещают в сушильный шкаф и высушивают остаток в течение 20—30 мин при 100—105 °С.

После охлаждения взвешивают стакан с остатком. Высушивание остатка и взвешивание стакана продолжают до получения постоянной массы.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

** Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)*

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю органических веществ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1)\ 100}{m},$$

где m_2 — масса стакана с остатком, г;
m_1 — масса стакана без остатка, г;
m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля органических веществ, %	Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,010 до 0,030 включ.	0,008	0,010
Св. 0,03 " 0,06 "	0,01	0,02
" 0,06 " 0,10 "	0,02	0,04
" 0,10 " 0,30 "	0,05	0,08
" 0,30	0,08	0,10

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 24.07.2000. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,21.
Тираж 104 экз. С 5575. Зак. 656.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Изменение № 2 ГОСТ 20996.5—82 Селен технический. Метод определения органических веществ

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

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9133

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*

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 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

Примечание — 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 органических веществ 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.

Таблица 1

В процентах

Диапазон измерений массовой доли органических веществ	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,010 до 0,050 включ.	0,009	0,008	0,010
Св. 0,050 » 0,10 »	0,03	0,02	0,04
» 0,10 » 0,35 »	0,06	0,05	0,08
» 0,35	0,07	0,08	0,10

* 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.

Раздел 2 изложить в новой редакции:

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до 250 °С;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- цилиндры мерные с притертой пробкой 2—50—2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336;
- эксикатор 1—100 по ГОСТ 25336;
- баню водяную;
- фильтры обеззоленные по [1] или аналогичные.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- эфир диэтиловый медицинский.

Примечания:

1. Допускается применение иных средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2. Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений».

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)

---

* Действует на территории Российской Федерации.

(ИУС № 3 2015 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 20996.5—82 Селен технический. Метод определения органических веществ

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

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 9133

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*

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 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

Примечание — 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 органических веществ 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.

Таблица 1

В процентах

Диапазон измерений массовой доли органических веществ	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,010 до 0,050 включ.	0,009	0,008	0,010
Св. 0,050 » 0,10 »	0,03	0,02	0,04
» 0,10 » 0,35 »	0,06	0,05	0,08
» 0,35	0,07	0,08	0,10

* 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.

Раздел 2 изложить в новой редакции:

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до 250 °С;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- цилиндры мерные с притертой пробкой 2—50—2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336;
- эксикатор 1—100 по ГОСТ 25336;
- баню водяную;
- фильтры обеззоленные по [1] или аналогичные.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- эфир диэтиловый медицинский.

Примечания:

1. Допускается применение иных средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2. Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений».

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)

---

* Действует на территории Российской Федерации.

(ИУС № 3 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru