

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения органических веществ

Selenium.

Method of organic materials determination

ГОСТ
20996.5—82*

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 угле, 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 см³, приливают 30—40 см³ 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 см³, промывают цилиндр и фильтр 2—3 раза порциями по 3—5 см³ 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. лист № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 24.07.2000. Усл.печл. 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.
Глр № 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

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 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 $\pm \Delta$	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

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 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 $\pm \Delta$	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.)