ГОСТ 20996.3—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776:546.815.06:006.354

Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения свинца

Selenium.
Method of plumbum determination

ГОСТ 20996.3—82*
Взамен
ГОСТ 10431—63
в части разд. V

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 полярографический метод определения свинца (при массовой доле свинца 0,001—0,06 %).

Метод основан на полярографировании раствора, содержащего свинец, на фоне раствора гидроокиси натрия в присутствии тартрата натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Полярограф марок ППТ-1, ПУ-1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1:3.
Ртуть по ГОСТ 4658—73.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм^3.
Натрий сернистокислый 7-водный по НД.
Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 100 г/дм^3.
Свинец по ГОСТ 3778—77.
Стандартные растворы свинца.

Раствор А: навеску свинца массой 1 г растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты (1:3), раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг свинца.

Раствор Б: отбирают 10 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску селена массой 1—5 г (в зависимости от массовой доли свинца) помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30—35 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и оставляют до прекращения бурной реакции. Стекло (пластинку) снимают, обмывают водой и выпаривают раствор досуха. Затем выдерживают на плите в течение 10 мин.

Добавляют в стакан 7—10 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха. Операцию выпаривания раствора с 3—5 см³ азотной кислоты повторяют два раза.

К сухому остатку приливают 5—7 см³ раствора соляной кислоты и выпаривают до влажного состояния. Эту операцию повторяют два раза (до полного удаления запаха азотной кислоты).

К полученному раствору добавляют 5—7 см³ раствора соляной кислоты (1:1), нагревают до растворения солей и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 см³. Приливают в колбу 10—12 см³ раствора винной кислоты, 15—20 см³ раствора гидроокиси натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Отобрав в сухой стакан 20 см³ раствора, прибавляют 1 г сульфита натрия и оставляют на 5 мин. Переливают в электролизер и полярографируют свинец в интервале потенциалов от минус 0,4 до минус 0,75 В по отношению к ртутному аноду.

Содержание свинца находят методом стандартных добавок. Для этого отбирают аликвотную часть стандартного раствора А (от 0,2 до 0,6 см³) и добавляют ее в анализируемый раствор, перемешивают в течение 2 мин и полярографируют так же, как и в случае анализируемого раствора. Величину стандартной добавки подбирают так, чтобы высота пика свинца увеличивалась в 2—3 раза по сравнению с высотой пика свинца в растворе.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{H \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где H — высота пика исследуемого раствора, мм;

V — общий объем раствора, см³;

m — масса навески селена, г;

K — коэффициент пересчета, равный $K = \frac{K_1 + K_2}{2}$,

где $K_1 = \frac{H_1 - H}{C_1}$, $K_2 = \frac{H_2 - H}{C_2}$,

где H_1, H_2 — высота пиков, полученных при полярографировании исследуемых растворов с добавкой стандартного раствора свинца, мм;

C_1, C_2 — концентрация стандартных растворов свинца, мг/см³.

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

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0005	0,0009
Св. 0,003 " 0,006 "	0,001	0,002
" 0,006 " 0,015 "	0,002	0,004
" 0,015 " 0,030 "	0,005	0,008
" 0,03 " 0,06 "	0,01	0,02

(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. 0,27.
Тираж 104 экз. С 5576. Зак. 657.

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

gost.e-ecolog.ru