УДК 661.631:546.815.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

Метод определения свинца

Phosphorus and inorganic phosphorus compounds.
Method of lead determination

ГОСТ 24024.7—80

МКС 71.060.10
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.12.81

Настоящий стандарт распространяется на фосфор и неорганические соединения фосфора и устанавливает метод определения свинца.

Метод основан на полярографическом определении свинца в кислой среде.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации на конкретные виды продукции.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф.

Ячейка электролизера.

Электрод капельный ртутный в качестве катода.

Электрод каломельный насыщенный в качестве анода.

Термостат.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104*, 4-го класса точности с пределом взвешивания до 500 г.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см^3.

Склянка для промывания газов по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., раствор c (1/2 H_2SO_4) = 5 моль/дм^3 (5 н. раствор).

Раствор сравнения, содержащий 1 мг двухвалентного свинца в 1 см^3 (раствор А), готовят по ГОСТ 4212. Раствор сравнения, содержащий 0,1 мг двухвалентного свинца в 1 см^3 (раствор Б), готовят разбавлением раствора А.

Пирогаллол, раствор с массовой долей пирогаллола 5 %, готовят следующим образом: 5 г пирогаллола и 25 см^3 гидроокиси калия растворяют в 100 см^3 воды.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Две навески пробы по 15 г взвешивают, результат взвешивания, в граммах, записывают до второго десятичного знака и переносят в мерные колбы. В каждую колбу добавляют по 25 см^3 раствора серной кислоты и 25 см^3 воды.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

gost.e-ecolog.ru

В одну колбу добавляют объем раствора сравнения Б, указанный в таблице, содержание которого соответствует содержанию свинца в анализируемой пробе. Затем объем растворов в колбах доводят водой до метки, перемешивают и последовательно выдерживают растворы при 20 °С в электролизере. Пропускают азот через промывную склянку, заполненную пирогаллолом, для удаления воздуха и полярографируют в пределах от минус 0,2 до минус 0,7 В. Одновременно полярографируют раствор контрольной пробы в тех же условиях с добавлением такого же количества реактивов.

Массовая доля свинца, %	Объем добавляемого раствора сравнения Б, $см^3$	Масса добавляемого свинца, мг
0,01	15	1,5
0,001	1,5	0,15
0,0005	0,75	0,075

Массовую долю свинца определяют после измерения высоты волны в двух колбах ($E_{1/2} = -0{,}45$ *В*), вычитая при этом высоту волны контрольной пробы.

Примечание. Если массовая доля свинца в пробе будет больше 0,01 %, уменьшают массу навески, а объем добавляемого раствора сравнения Б выбирают с таким расчетом, чтобы отношение $h_2/h_1 = 2$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(h_1 - h_3) \cdot m_1 \cdot 100}{(h_2 - h_1) \cdot m \cdot 1000} = \frac{(h_1 - h_3) \cdot m_1}{(h_2 - h_1) \cdot m \cdot 10},$$

где h_1 — высота волны анализируемого раствора, мм;

h_2 — высота волны анализируемого раствора с добавлением раствора сравнения Б, мм;

h_3 — высота волны контрольной пробы, мм;

m_1 — масса свинца, добавленного в 100 $см^3$ раствора, мг;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 30 % относительно среднего результата определяемой величины.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.03.80 № 1027

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4212—76	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 9293—74	Разд. 2
ГОСТ 24104—88	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2

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

5. ИЗДАНИЕ (ноябрь 2003 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1986 г., июне 1988 г. (ИУС 2—87, 9—88)

Редактор *Т.П.Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 08.01.2004 Подписано в печать 29.01.2004. Усл.печ.л. 2,32. Уч.-изд.л. 1,40.
Тираж 146 экз. С 671. Зак. 121.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http: //gost.e-ecolog.ru mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru