МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 20996.3— 2016**

# СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

## Метод определения свинца

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 февраля 2016 г. № 85-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 июня 2016 г. № 584-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 20996.3—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 20996.3—82

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Характеристики показателей точности измерений . . . . . 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы . . . . . 2
5 Метод измерений . . . . . 2
6 Подготовка к выполнению измерений . . . . . 3
7 Порядок выполнения измерений . . . . . 3
8 Обработка результатов измерений . . . . . 4
Библиография . . . . . 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

## Метод определения свинца

Technical selenium. Method for determination of plumbum

Дата введения — 2017—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает измерение массовой доли свинца, методом атомно-абсорбционной спектроскопии в техническом селене в диапазоне массовых долей от 0,001 % до 0,060 % включ.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 20448—90 Газы углеводородные сжиженные топливные для коммунально-бытового потребления. Технические условия

ГОСТ 20996.0—2014 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 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ ИСО 5725-6—2003** 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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.

* 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».

Издание официальное

## 3 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли свинца соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли свинца, при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

| Диапазон измерений массовой доли свинца | Показатель точности ± Δ | Пределы (абсолютные значения) | |
|---|---|---|---|
| | | повторяемости $r$ ($n = 2$) | воспроизводимости $R$ |
| От 0,0010 до 0,0030 включ. | 0,0008 | 0,0007 | 0,0012 |
| Св. 0,003 » 0,006 » | 0,001 | 0,001 | 0,002 |
| » 0,006 » 0,010 » | 0,003 | 0,002 | 0,004 |
| » 0,010 » 0,030 » | 0,007 | 0,006 | 0,010 |
| » 0,030 » 0,060 » | 0,010 | 0,010 | 0,020 |

## 4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором и источником излучения на свинец;
- компрессор воздушный;
- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г специального класса точности по ГОСТ 24104 с дискретностью 0,0001 г;
- плиту нагревательную стеклокерамическую по [1] или аналогичную, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2—100—2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—250—19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^2$—$6 \cdot 10^2$ Па;
- ацетилен по ГОСТ 5457;
- пропан-бутан по ГОСТ 20448;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по [2];
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- свинец по ГОСТ 3778 марки С0 и С1.

Примечания

1 Допускается применение других 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 настоящем стандарте.

## 5 Метод измерений

Метод основан на атомизации раствора анализируемой пробы в пламени ацетилен-воздух и измерении величины атомной абсорбции свинца при длине волны 283,3 нм. Источником излучения служит лампа с полым катодом.

Примечание — Допускается применение других длин волн при условии обеспечения метрологических характеристик, приведенных в настоящем стандарте.

## 6 Подготовка к выполнению измерений

### 6.1 Приготовление растворов свинца известной концентрации

При приготовлении раствора А с массовой концентрацией свинца 1 мкг/см$^3$ навеску свинца массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, приливают от 10 до 15 см$^3$ азотной кислоты и упаривают до влажных солей. Приливают от 5 до 7 см$^3$ азотной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией свинца 0,1 мкг/см$^3$ аликвоту 50 см$^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

### 6.2 Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 100 см$^3$ каждая помещают: 0,2; 0,5; 1,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см$^3$ раствора Б свинца. В каждую колбу приливают от 1 до 2 см$^3$ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Измерение величины абсорбции свинца в градуировочных растворах, построение градуировочных графиков, обработку и хранение результатов градуировки проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект атомно-абсорбционного спектрометра. Для этого включают спектрометр и настраивают управляющую программу в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Градуировочные растворы распыляют в пламени воздух-ацетилен.

Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов измеряемого компонента в каждом градуировочном растворе.

Градуировочные графики получают в координатах: массовая концентрация свинца в градуировочных растворах, выраженная в миллиграммах на сантиметр кубический, по оси ординат — соответствующие значения аналитических сигналов.

Примечание — Допускается выражать концентрацию градуировочных растворов в других массовых единицах.

## 7 Порядок выполнения измерений

7.1 Общие требования к методу измерений в соответствии с ГОСТ 20996.0.

7.2 Навеску селена массой от 1 до 5 г (в зависимости от массовой доли свинца и чувствительности прибора), взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, приливают от 40 до 50 см$^3$ смеси азотной и соляной кислот (1:3), и растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до получения объема от 3 до 5 см$^3$. Приливают от 50 до 60 см$^3$ воды и кипятят в течение от 5 до 7 мин, охлаждают и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Измерение величины абсорбции свинца проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект атомно-абсорбционного спектрометра. Для этого включают спектрометр и управляющую программу в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Анализируемые растворы распыляют в пламени «воздух—ацетилен». Выполняют не менее двух измерений аналитического сигнала свинца в каждом растворе при длине волны 283,3 нм, для расчета берут среднеарифметическое значение. При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора. В случае необходимости для уменьшения значения абсорбции допускается уменьшать оптический путь луча через измеряемую зону поворотом горелки.

По найденному значению величины абсорбции анализируемого раствора за вычетом абсорбции раствора холостого опыта находят содержание свинца по градуировочному графику. Если концентрация определяемого компонента в анализируемом растворе превышает его концентрацию в растворах для построения градуировочного графика (величина абсорбции анализируемого раствора выше абсорбции последней точки графика), проводят разбавление анализируемого раствора. Для этого аликвоту анализируемого раствора помещают в колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают соляную кислоту, для создания ее кислотности 5 % по объему, доливают водой до метки и перемешивают.

Допускается использовать для атомизации пробы пламя пропан-бутан-воздух, если расхождения между параллельными определениями соответствуют, указанным в таблице 1.

Для внесения поправки на массовую долю свинца в реактивах через все стадии измерений проводят холостой опыт.

Допускается использовать для атомизации пробы пламя пропан-бутан-воздух, если расхождения между параллельными определениями соответствуют, указанным в таблице 1.

## 8 Обработка результатов измерений

8.1 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации свинца в селене проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

Результаты измерений свинца в анализируемой пробе $X$, % с учетом массы навески и разведения рассчитывают и хранят в управляющей программе атомно-абсорбционного спектрометра, выводят на экран монитора и затем вписывают в рабочую тетрадь или распечатывают на бумажный носитель.

8.2 Массовую долю свинца $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V V_1}{m V_2 10000}, \quad (1)$$

где $m_1$ — массовая концентрация свинца, найденная по градуировочному графику мкг/см$^3$;

$V$ — общий объем раствора в мерной колбе, см$^3$;

$V_1$ — объем анализируемого раствора после разведения, см$^3$;

$V_2$ — объем аликвоты раствора, см$^3$;

$m$ — масса навески селена, г.

8.3 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).

8.4 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

### Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-44330709—2008[1)] Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] ГОСТ Р 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

[1)] Действуют на территории Российской Федерации.

УДК 669.776:546.22.:006.354 ОКС 77.120.99 В59

Ключевые слова: селен технический, измерение массовой доли свинца методом атомно-абсорбционной спектроскопии, средства измерений, обработка результатов измерений

Редактор *А.А. Лиске*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 29.06.2016. Подписано в печать 20.07.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 35 экз. Зак. 1711.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru