

ГОСТ 20996.3—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

ВЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т**

**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<sup>3</sup>.

Натрий сернистоокислый 7-водный по НД.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Свинец по ГОСТ 3778—77.

Стандартные растворы свинца.

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

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг свинца.

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

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 30—35 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают досуха. Операцию выпаривания раствора с 3—5 см<sup>3</sup> азотной кислоты повторяют два раза.

К сухому остатку приливают 5—7 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), нагревают до растворения солей и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Приливают в колбу 10—12 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 15—20 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Отобрав в сухой стакан 20 см<sup>3</sup> раствора, прибавляют 1 г сульфата 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 см<sup>3</sup>) 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, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески селена, г;

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

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

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/см<sup>3</sup>.

4.2. Расхождение 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