

РЕАКТИВЫ

СВИНЕЦ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ ОСНОВНОЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Л.К. Хайдукова, В.К. Окунева, В.А. Лабицкий, М.С. Белинская, В.Н. Корецкая, В.Г. Брудзь,
И.Л. Ротенберг, З.М. Ривина, Л.Н. Костяшина, Л.В. Кидиярова, Г.И. Федотова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.07.76 № 1676

3. ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 11840—66

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.005—88	6.1	ГОСТ 9147—80	3.6.1
ГОСТ 61—75	3.3.1; 3.4	ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 83—79	3.6.1	ГОСТ 10671.2—74	3.4
ГОСТ 84—76	3.6.1	ГОСТ 10671.7—74	3.5
ГОСТ 1770—74	3.3.1; 3.6.1; 3.7.1	ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 3773—72	3.6.1	ГОСТ 19627—74	3.6.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1	ГОСТ 23463—79	3.6.1
ГОСТ 4160—74	3.6.1	ГОСТ 25336—82	3.3.1; 3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 4204—77	3.5	ГОСТ 25664—83	3.6.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1; 3.7.1	ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 4461—77	3.6.1; 3.7.1	ГОСТ 27068—86	3.6.1
ГОСТ 5457—75	3.7.1	ТУ 6—09—5313—87	3.6.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1; 3.6.1; 3.7.1	ТУ 6—09—2008—77	3.7.1

5. Постановлением Госстандарта от 27.09.91 № 1502 снято ограничение срока действия

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1991 г. (ИУС 12—91)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.01.99. Подписано в печать 11.02.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,83.
Тираж 131 экз. С1895. Зак. 110.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

СВИНЕЦ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ ОСНОВНОЙ

ГОСТ
11840—76

Технические условия

Reagents. Basic lead carbonate.
Specifications

ОКП 26 2423 0460 07

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 8 июля 1976 г. № 1676 срок введения установлен

с 01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на основной углекислый свинец (II), который представляет собой белый порошок; не растворим в воде, растворим в разбавленных кислотах с выделением углекислого газа.

Формула $2\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb}(\text{OH})_2$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 775,63.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Основной углекислый свинец (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям основной углекислый свинец (II) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2423 0462 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2423 0461 06
1. Массовая доля свинца (Pb), %, не менее	79	79
2. Массовая доля нерастворимых в уксусной кислоте веществ, %, не более	0,02	0,05
3. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,005	0,015
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,003	0,010
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,005	0,010
6. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,005	0,010
7. Массовая доля суммы калия, натрия и кальция (K+Na+Ca), %, не более	0,03	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Переиздание с Изменениями

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 60 г.

3.2. Определение массовой доли свинца

Определение проводят по ГОСТ 10398.

При этом подготовку к анализу проводят следующим образом:

около 0,4000 г тщательно растертого препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют при слабом нагревании в 0,8 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и в 3—4 см³ воды, разбавляют водой до 100 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10398.

Массовую долю свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01036 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации точно c (ди-На-ЭДТА)=0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,01036 — масса свинца, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно c (ди-На-ЭДТА)=0,05 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в уксусной кислоте веществ

3.3.1. *Реактивы, растворы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., ледяная и раствор с массовой долей 2 %;

пипетка 6(7)—2—10 по НТД;

стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770;

тигель фильтрующий по ГОСТ 25336 типа ТФ ПОР10 или ПОР16.

3.3.2. *Проведение анализа*

5,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в смеси, состоящей из 7 см³ ледяной уксусной кислоты и 50 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого знака после запятой). Остаток на фильтре промывают 100 см³ раствора уксусной кислоты и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1,0 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % для препарата квалификации ч.д.а. и ± 15 % для препарата квалификации ч. при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.4. Определение массовой доли нитратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 20 см³) и растворяют при нагревании на водяной бане в смеси, состоящей из 2 см³ уксусной кислоты (ГОСТ 61, х.ч., ледяная) и 5 см³ воды. Раствор охлаждают, прибавляют 10 см³ воды, 1 см³ концентрированной серной кислоты, доводят объем водой до метки и перемешивают. Осадок отфильтро-

вывают через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, отбрасывая первые порции фильтрата.

4 см³ полученного фильтрата (соответствуют 0,20 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50—100 см³, доводят объем раствора водой до 10 см³ и далее определение проводят методом с применением индигокармина.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 5 мин окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг NO₃,

для препарата чистый — 0,03 мг NO₃,

1 см³ раствора хлористого натрия, 0,4 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³), прибавляют 20 см³ воды, 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и кипятят 3—5 мин до растворения препарата.

Раствор охлаждают, осторожно прибавляют 0,5 см³ серной кислоты (ГОСТ 4204), доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», отбрасывая первую порцию фильтрата.

10 см³ фильтрата (соответствуют 0,50 г препарата) помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³ (при фототурбидиметрическом определении) или в коническую колбу вместимостью 100 см³ с меткой на 40 см³ (при визуально-нефелометрическом определении и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, прибавляя 1 см³ раствора азотной кислоты (вместо 2 см³).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг,

для препарата чистый — 0,050 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.6. Определение массовой доли меди и железа

3.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

спектрограф ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и 3-ступенчатым ослабителем; спектропроектор ПС-18;

генератор дуги переменного тока ДГ-2;

микрофотометр типа МФ-2;

лампа инфракрасная;

угли графитированные для спектрального анализа ос.ч. 7—3 (электроды угольные), верхний электрод заточен на конус, нижний электрод (анод) имеет цилиндрический канал диаметром 3 мм, глубиной 6 мм;

графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463;

фотопластинки типа СП-2, светочувствительностью 15 ед.;

ступки из органического стекла с пестиками;

пипетка 4(5)—2—1 по НТД;

стакан В(Н)-1—100 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770;

ступка 1(2) фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627;

калий бромистый по ГОСТ 4160;

метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664;

натрий сульфит 7-водный по ТУ 6—09—5313, ч.;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068;

натрий углекислый по ГОСТ 83 или

натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84;

проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:

раствор 1—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор 11—16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы I и II смешивают в равных объемах.

фиксаж быстросействующий: готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора водой до 2 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

растворы, содержащие 1 мг/см³ Fe (раствор А), 1 мг/см³ Cu (раствор Б); готовят по ГОСТ 4212;

кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %;

свинец (II) углекислый основной по настоящему стандарту, не содержащий примеси определяемых элементов или с минимальным содержанием их, определяемым методом добавок в условиях данной методики; при наличии примесей их учитывают при построении градуировочного графика.

3.6.2. Подготовка к анализу

3.6.2.1. 5,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в смеси, состоящей из 20 см³ воды и 30 см³ раствора азотной кислоты. Раствор выпаривают на водяной бане досуха, остаток сушат под инфракрасной лампой, тщательно растирают, переносят в ступку из органического стекла или фарфоровую, смешивают с порошковым графитом в соотношении 1:1 и помещают в канал угольного электрода.

3.6.2.2. Приготовление образцов сравнения для построения градуировочных графиков

Таблица 2

Номера образцов	Количество раствора, мл		Содержание примесей в образце, мг		Содержание примесей в пересчете на препарат, %	
	А	Б	Fe	Cu	Fe	Cu
1	0,25	0,25	0,25	0,25	0,005	0,005
2	0,5	0,5	0,5	0,5	0,01	0,01
3	1,0	1,0	1,0	1,0	0,02	0,02

Для приготовления каждого образца сравнения 5,00 г основного углекислого свинца (II), не содержащего определяемых примесей, помещают в стаканы, растворяют в смеси, состоящей из 20 см³ воды и 30 см³ раствора азотной кислоты; прибавляют указанные в табл. 2 объемы раствора А и Б и далее проводят ту же операцию, что и при подготовке анализируемой пробы к анализу.

3.1—3.6.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6.2.3. Условия съемки спектрограмм

Сила тока, А	8
Напряжение, В	220
Ширина щели, мм	0,015
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5
Экспозиция, с	30.

3.6.3. Проведение анализа

После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода помещают анализируемый препарат или образец сравнения для построения градуировочного графика (в количестве, определяемом объемом канала), зажигают дугу переменного тока и снимают спектрограмму.

Спектры анализируемой пробы и образцов сравнения для построения градуировочных графиков снимают на одной фотопластинке не менее трех раз.

3.6.4. Обработка спектрограмм и результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых примесей и линии свинца, пользуясь логарифмической шкалой.

Определяемый элемент и его аналитическая линия, нм

медь 327,3 свинец 322,0

железо 302,0 свинец 322,0

Для каждой аналитической линии вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{\text{пр}} - S_{\text{Рв}}$,
 где $S_{\text{пр}}$ — почернение линии примеси;
 $S_{\text{Рв}}$ — почернение линии свинца.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение ($\Delta S'$).

По значениям $\Delta S'$ образцов сравнения для построения градуировочных графиков для каждого определяемого элемента строят градуировочный график в координатах $\Delta S' - \lg C$, где C — массовая доля определяемой примеси в образце.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результатов анализа ± 25 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.7. Определение массовой доли калия, натрия, кальция

3.7.1. Аппаратура, реактивы, растворы:

спектрограф ИСП-51 с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1 или монохроматор УМ-2;
 фотоумножители ФЭУ-17 для определения натрия, кальция, и ФЭУ-22 для определения калия;
 ФЭУ-38; ФЭУ-51;

воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов;

баллон со сжиженным газом пропан-бутаном (для определения натрия и калия);

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457 (для определения кальция);

колба 2—100—2 по ГОСТ 1770;

пипетка 6(7)—2—10 по НТД;

стакан В(Н)-1—50 по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770;

свинец (II) нитрат для спектрального анализа, х.ч., по ТУ 6—09—2008, перекристаллизованный с установленным (по методу добавок) содержанием натрия, калия, кальция;

растворы, с массовой концентрацией 1 мг/см³ натрия, 1 мг/см³ калия, 1 мг/см³ кальция; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением и смешением получают раствор, содержащий по 0,1 мг/см³ Na, K, Ca — раствор А;

кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная.

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, следует хранить в кварцевой или полиэтиленовой посуде.

3.6.3—3.7.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.2. Подготовка к анализу

3.7.2.1. Приготовление анализируемых растворов

1,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 10 см³ воды и 1 см³ азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.7.2.2. Приготовление растворов сравнения

Для приготовления растворов сравнения четыре навески препарата нитрата свинца (II) по 1,30 г каждая помещают в мерные колбы, растворяют в 30 см³ воды, вводят объемы раствора А, указанные в табл. 3. Объем каждой колбы доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номера растворов сравнения	Объем раствора А, см ³	Масса примеси в 100 см ³ раствора сравнения, мг			Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %		
		Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	0,3	0,03	0,03	0,03	0,003	0,003	0,003
2	0,5	0,05	0,05	0,05	0,005	0,005	0,005
3	1	0,10	0,10	0,10	0,010	0,010	0,010
4	2	0,20	0,20	0,20	0,020	0,020	0,020

3.7.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na — 589,0—589,6, K — 766,5—769,9 и Ca — 422,7 нм, возникающих в спектре пламени газ-воздух, при введении в него растворов проб и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примеси, и вычисляют среднее арифметическое значение показаний для каждого раствора.

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примеси в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю натрия, калия и кальция в препарате находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.7.2.1—3.7.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 11—1 и 11—6.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII до 50 кг.

На тару наносят (по аналогии с карбонатом свинца (II)) знаки опасности по ГОСТ 19433 (классификационный шифр 6163; класс 6, подкласс 6.1, черт. ба).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие основного углекислого свинца (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Предельно допустимая концентрация основного углекислого свинца (II) (по свинцу) в воздухе рабочей зоны— $0,01 \text{ мг/м}^3$ — максимально разовая и $0,005 \text{ мг/м}^3$ — среднесменная; класс опасности—1 по ГОСТ 12.1.005. Вызывает острые хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем. Особенно сильные изменения вызывает в центральной нервной системе, крови и сосудах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2. При работе с препаратом необходимо пользоваться противопылевыми респираторами, резиновыми перчатками и защитными очками, а также соблюдать меры личной гигиены, не допускать попадания препарата внутрь организма.

6.3. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

6.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.5. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.