



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

СВИНЕЦ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10275—74

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

Реактивы
СВИНЕЦ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ
Технические условия

Reagents. Lead (II) carbonate.
Specifications

ГОСТ
10275—74*

Взамен
ГОСТ 10275—62

ОКП 26 2423 0450 09

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 октября 1974 г. № 2373 срок введения установлен

с 01.07.75

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 28.09.84 № 3498 срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на углекислый свинец (II), который представляет собой белый кристаллический порошок, нерастворимый в воде; растворим в разбавленных азотной и уксусной кислотах, а также в растворах едких щелочей.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

Формула: $PbCO_3$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 267,20.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По химическим показателям углекислый свинец (II) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (октябрь 1984 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1984 г. Пост. № 3498 от 28.09.84 (ИУС 1—85).

© Издательство стандартов, 1985

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2423 0452 07	Чистый (ч.) ОКП 26 2423 0451 08
1. Массовая доля углекислого свинца (II) ($PbCO_3$), %, не менее	99,5	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в уксусной кислоте веществ, %, не более	0,02	0,04
3. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,005	Не нормируется
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	То же
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,002	0,005
6. Массовая доля суммы калия, натрия, кальция ($K+Na+Ca$), %, не более	0,02	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Углекислый свинец (II) относится к веществам 1-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007—76). Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны производственных помещений (в пересчете на свинец) — 0,01 мг/м³. При превышении предельно допустимой концентрации может вызывать острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, резиновые перчатки, защитные очки).

2а.3. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

2а.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 80 г.

3.2. Определение массовой доли углекислого свинца (II) проводят по ГОСТ 10398—76.

При этом около 0,4000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют при слабом нагревании в 0,8 см³ раствора азотной кислоты и 3—4 см³ воды, прибавляют 95 см³ воды и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса углекислого свинца (II), соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно с (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ (0,05 М), равна 0,01336 г.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов в тех же условиях и, при необходимости, в результате анализа вносят соответствующую поправку.

3.1—3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1, 3.2.2, 3.2.3. (Исключены, Изм. № 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в уксусной кислоте веществ

3.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч. ледяная и 2%-ный раствор.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

3.3.2. *Проведение анализа*

5,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 350—400 см³ и растворяют в смеси, состоящей из 7 см³ уксусной кислоты и 50 см³ воды. Стакан с раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают 100 см³ 2%-ного раствора уксусной кислоты и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2 мг.

3.3, 3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение массовой доли нитратов проводят по ГОСТ 10671.2—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и растворяют на водяной бане в 2 см³ уксусной кислоты (ГОСТ 61—75, х. ч. ледяная) и 5 см³ воды. Раствор охлаждают, прибавляют 12 см³ воды, 1 см³ концентрированной серной кислоты и перемешивают. Осадок отфильтровывают через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой, отбрасывая первые порции фильтрата.

4 см³ фильтрата (соответствуют 0,2 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50 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, наблюдаемая на фоне молочного стекла, не будет слабее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг NO₃, 1 см³ раствора хлористого натрия, 0,4 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.1, 3.4.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

3.5. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555—75.

При этом 2,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ воды, 5 см³ 25%-ного раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461—77) и кипятят 3—5 мин до растворения препарата. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10—15 см³ воды и осторожно при перемешивании 0,75 см³ серной кислоты (ГОСТ 4204—77). Объем раствора доводят водой до метки, содержимое колбы перемешивают и фильтруют через плотный беззольный фильтр, отбрасывая первую порцию фильтрата. Фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и сохраняют для определения содержания хлоридов.

Далее определение проводят сульфосалициловым методом, взяв 8 см³ полученного фильтрата (соответствуют 0,4 г препарата).

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

для препарата чистый для анализа — 0,008 мг,

для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом, взяв 20 см³ фильтрата, полученного по п. 3.5 (соответствуют 1 г препарата).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать для препарата чистый для анализа 0,02 мг.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7. Определение массовой доли калия, натрия и кальция

3.7.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1.

Фотоумножители типов ФЭУ-17, ФЭУ-22, ФЭУ-38, ФЭУ-51.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Пропан-бутан.

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882—73.

Горелка.

Распылитель.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Растворы, содержащие натрий, калий и кальций; готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением получают раствор с концентрацией Na, K, Ca, 0,01 мг/см³ — раствор А.

Свинец (II) азотнокислый для спектрального анализа, х. ч., не содержащий натрия, калия и кальция в условиях методики определения; раствор, содержащий 124 г азотнокислого свинца (II) в 1 дм³ — раствор Б.

Все растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.2. *Приготовление анализируемых растворов*

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

Таблица 2

Номера растворов сравнения	Объем раствора А, см ³	Объем раствора В, см ³	Концентрация в растворе сравнения, мг/100 см ³			Массовая доля в пересчете на препарат, %		
			Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	3	10	0,03	0,03	0,03	0,003	0,003	0,003
2	5	10	0,05	0,05	0,05	0,005	0,005	0,005
3	10	10	0,1	0,1	0,1	0,01	0,01	0,01

3.7.3. Приготовление растворов сравнения

В три мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая вводят указанные в табл. 2 объемы растворов А и В, растворы перемешивают, доводят объемы растворов водой до метки и снова перемешивают.

3.7.4. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

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

После каждого замера распыляют воду.

3.7.5. Обработка результатов

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 результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20% относительно вычисляемой концентрации при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.7.2—3.7.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Продукт упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

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

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

На этикетке должна быть надпись «Яд».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

4.3. (Исключен, Изм. № 1).

4.4. Продукт хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

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

Раздел 5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Раздел 6. (Исключен, Изм. № 1).

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 26.11.84 Подп. в печ. 29.01.85 0,5 п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,47 уч.-изд. л.
Тираж 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 5273