ГОСТ 10539—74

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

СВИНЕЦ (II) СЕРНОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 6—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.817'226-41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

СВИНЕЦ (II) СЕРНОКИСЛЫЙ

Технические условия

ГОСТ 10539—74

Reagents. Lead sulfate.
Specifications

ОКП 26 2423 0380 06

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на сернокислый свинец (II), который представляет собой тяжелый белый кристаллический порошок, не растворимый в воде; растворим в растворе уксуснокислого натрия, в растворах уксуснокислого и виннокислого аммония и щелочей; слабо растворим в концентрированных кислотах.

Формула: $PbSO_4$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 303,25.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По химическим показателям сернокислый свинец (II) должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.)	Чистый для анализа (ч.д.а.)	Чистый (ч.)
	ОКП 26 2423 0383 03	ОКП 26 2423 0382 04	ОКП 26 2423 0381 05
1. Массовая доля сернокислого свинца (II) ($PbSO_4$), %, не менее	99,5	99,5	99,0
2. Массовая доля растворимых в воде веществ, %, не более	0,05	0,10	0,20
3. Массовая доля нерастворимых в растворе уксуснокислого натрия веществ, %, не более	0,05	0,05	0,10
4. Массовая доля нитратов (NO_3),%, не более	0,003	0,010	Не нормируется
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,002	0,005
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002	0,005

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1974
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Сернокислый свинец (II) относится к веществам 1-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны производственных помещений в пересчете на свинец — 0,01 мг/м³. Превышение 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.

2а.1., 2а.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2а.3. 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. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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.

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

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы не должна быть менее 40 г. Препарат перед определением пробы предварительно измельчают в фарфоровой ступке (ГОСТ 9147).

3.1а, 3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2. Определение массовой доли сернокислого свинца (II) проводят по ГОСТ 10398 (п. 4.17).

При этом около 0,4500 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют при нагревании в 30 см³ буферного раствора II, прибавляют 70 см³ воды, 1 см³ ксиленолового оранжевого и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса сернокислого свинца (II), соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно *c* (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ (0,05 М), равна 0,01516 г.

Одновременно проводят контрольный опыт с 30 см³ буферного раствора II в тех же условиях. После прибавления ксиленолового оранжевого прибавляют из бюретки (6—2—5 или 7—2—10 по НТД) раствор уксуснокислого свинца концентрации точно 0,05 моль/дм³ до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную.

При необходимости в результат анализа вводят поправку на контрольное титрование.

Раствор уксуснокислого свинца концентрации *c* ($Pb(CH_3COO)_2$) = 0,05 моль/дм³ готовят следующим образом: 18,97 г уксуснокислого свинца по ГОСТ 1027 растворяют в воде по ГОСТ 6709, прибавляют 5 см³ ледяной уксусной кислоты по ГОСТ 61 и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Поправочный коэффициент раствора уксуснокислого свинца концентрации 0,05 моль/дм³ определяют следующим образом: 25 см³ приготовленного раствора уксуснокислого свинца, отмеренного бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 70 см³ воды, 5 см³ буферного раствора II, 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³ до перехода фиолетово-красной окраски раствора в лимонно-желтую.

Поправочный коэффициент (*K*) для раствора уксуснокислого свинца концентрации 0,05 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{25},$$

где *V* — объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2.1—3.2.3. **(Исключены, Изм. № 1).**

3.3. Определение массовой доли растворимых в воде веществ

3.3.1. *Посуда, реактивы*

Стакан В(Н)-1 — 100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Чашка выпарительная 2 по ГОСТ 9147 или чашка из платины по ГОСТ 6563.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.3.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в стакан (с меткой на 40 см³), прибавляют 40 см³ воды, кипятят в течение 2—3 мин, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. После охлаждения раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей водой, собирая фильтрат в платиновую или выпарительную чашку, прокаленную до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Содержимое чашки выпаривают на водяной бане досуха, остаток прокаливают в муфельной печи при 700—800 °С до постоянной массы.

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

для препарата химически чистый — 1 мг;

для препарата чистый для анализа — 2 мг;

для препарата чистый — 4 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 % для препарата «химически чистый», 20 % — для препаратов «чистый для анализа» и «чистый».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±45 % для препаратов «химически чистый» и «чистый для анализа» и ±15 % для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3—3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Определение массовой доли не растворимых в растворе уксуснокислого натрия веществ

3.4.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., ледяная.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 30 % (на 100 см³ раствора прибавляют 2,5 см³ уксусной кислоты и фильтруют).

Пипетка 6(7)—2—5(10) по НТД.

Стакан В(Н)-1—400 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

3.4.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 200 см³ горячего раствора уксуснокислого натрия. Раствор выдерживают на водяной бане в течение 30 мин и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды 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 химически чистый — 1 мг;

для препарата чистый для анализа — 1 мг;

для препарата чистый — 2 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 % для препаратов «химически чистый» и «чистый для анализа» и 25 % — для препарата «чистый».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±45 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5. Определение массовой доли нитратов проводят по ГОСТ 10671.2.

При этом 2,50 г препарата помещают в мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см³, прибавляют 30—40 см³ воды, энергично взбалтывают в течение 5 мин, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают, дают осадку осесть и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, отбрасывая первую порцию фильтрата.

6 см³ фильтрата (соответствуют 0,3 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют пипеткой 4 см³ дистиллированной воды 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 химически чистый — 0,009 мг NO_3,

для препарата чистый для анализа — 0,030 мг NO_3,

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5.1, 3.5.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

3.6. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555. При этом 2,50 г препарата помещают в стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см³, прибавляют 45 см³ воды, 2,5 см³ раствора азотной кислоты, нагревают до кипения и кипятят в течение 3 мин. Содержимое стакана охлаждают и переводят в мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см³, доводят объем водой до метки, перемешивают, дают отстояться и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой, отбрасывая первые порции фильтрата. Фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и сохраняют для определения содержания хлоридов по п. 3.7.

Далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа азотной кислотой, взяв 20 см³ полученного фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата).

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

для препарата химически чистый — 0,005 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг;

для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.7. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7 фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2, в объеме 43 см³ вместо 40 см³) методом, взяв цилиндром (1—50 по ГОСТ 1770) 40 см³ фильтрата, полученного по п. 3.6 (соответствуют 1 г препарата).

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг;

для препарата чистый — 0,05 мг.

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

3.6, 3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9.

Группа фасовки: III, IV, V.

На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6а, классификационный шифр 6161).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

4.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.4. Продукт хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях, вентилируемых и отапливаемых в зимнее время.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

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

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Г.В. Грязнов, В.Г. Брудзь, И.Л. Ротенберг, З.М. Ривина, Е.Н. Яковлева, Л.В. Кидиярова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.10.74 № 2373**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 10539—63**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	2а.1
ГОСТ 61—75	3.2, 3.4.1
ГОСТ 199—78	3.4.1
ГОСТ 1027—67	3.2
ГОСТ 1770—74	3.3.1, 3.4.1, 3.5, 3.6, 3.7
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 6563—75	3.3.2
ГОСТ 6709—72	3.2, 3.3.1, 3.4.1
ГОСТ 9147—80	3.1, 3.3.1
ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 10555—75	3.6
ГОСТ 10671.2—74	3.5
ГОСТ 10671.7—74	3.7
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.4.1, 3.6
ГОСТ 27025—86	3.1а

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в сентябре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 1—85, 3—90)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 28.12.98. Подписано в печать 26.01.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Тираж 148 экз. С1761. Зак. 50.

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

gost.e-ecolog.ru