ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72624— 2026

ЛОМ И ОТХОДЫ СВИНЦОВЫХ АККУМУЛЯТОРОВ

Определение массовой доли свинца титриметрическим комплексонометрическим методом

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 372 «Редкие и редкоземельные металлы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 апреля 2026 г. № 402-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026

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 Термины и определения 2
4 Общие требования 2
5 Сущность метода 2
6 Требования к условиям проведения анализа 2
7 Требования к квалификации персонала 2
8 Средства измерений, аппаратура, материалы, реактивы и растворы, вспомогательное оборудование 3
9 Подготовка к проведению анализа 3
10 Проведение анализа 4
11 Обработка результатов анализа 5
12 Оформление результатов анализа 5
13 Контроль точности результатов анализа 5
14 Требования безопасности выполняемых работ и экологической безопасности 6
Приложение А (обязательное) Значения погрешности, пределов повторяемости и воспроизводимости 7
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЛОМ И ОТХОДЫ СВИНЦОВЫХ АККУМУЛЯТОРОВ

Определение массовой доли свинца титриметрическим комплексонометрическим методом

Scrap and waste of lead batteries. Determination of the mass fraction of lead by the titrimetric complexometric method

Дата введения — 2027—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический комплексонометрический метод определения массовой доли свинца от 40,0 % до 95,0 % в ломе и отходах свинцовых аккумуляторов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3778 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 22180 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 25086 Цветные металлы и их сплавы Общие требования к методам анализа

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Издание официальное

ГОСТ 28192 Отходы цветных металлов и сплавов. Методы отбора, подготовки проб и методы испытаний

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59123 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты. Общие требования и классификация

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 8.315, ГОСТ 25086, [1]—[3].

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методам анализа — в соответствии с ГОСТ 25086.

4.2 Отбор и подготовку проб к анализу проводят по ГОСТ 28192.

5 Сущность метода

Метод основан на образовании в растворе пробы фиолетового комплекса свинца с ксиленоловым оранжевым и титровании раствором трилона Б при pH 5,5—6,0 до перехода фиолетовой окраски в желтую в результате образования более прочного не окрашенного комплекса свинца с трилоном Б.

Определению свинца не мешает сурьма при ее массовой доле в анализируемой пробе до 12 %.

6 Требования к условиям проведения анализа

6.1 Температура окружающего воздуха — от 18 °С до 25 °С.

6.2 Относительная влажность — от 30 % до 80 %.

6.3 Атмосферное давление — от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.).

7 Требования к квалификации персонала

К выполнению анализов и/или обработке результатов допускаются лица, прошедшие профессиональную подготовку на уровне не ниже среднего специального образования или профессиональную переподготовку по направлениям, соответствующим проведению химического анализа.

8 Средства измерений, аппаратура, материалы, реактивы и растворы, вспомогательное оборудование

При выполнении анализа применяют следующие средства измерений, аппаратуру, реактивы, растворы и вспомогательное оборудование:

- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II;
- термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498;
- барометр-анероид по нормативным документам и/или технической документации;
- гигрометр по нормативным документам и/или технической документации;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую поддержание температуры (800 ± 50) °С;
- электрическую плитку с закрытой спиралью по нормативным документам и/или технической документации;
- посуду лабораторную стеклянную по ГОСТ 25336;
- посуду мерную лабораторную стеклянную по ГОСТ 1770;
- пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29227;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- чашки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- стекла часовые;
- фильтры беззольные «синяя лента» по нормативным документам и/или технической документации;
- воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144;
- соль динатриевую этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3, приготовленный в соответствии с 9.1;
- спирт этиловый по ГОСТ Р 55878;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- ксиленоловый оранжевый по нормативным документам и/или технической документации: в виде хорошо растертой смеси с хлористым натрием в соотношении 1:100 (условия хранения — емкость из темного стекла);
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту щавелевую по ГОСТ 22180;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную в соотношении 1:1 и 1:50;
- аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 200 г/дм^3;
- свинец не ниже марки С1 по ГОСТ 3778, стружку или государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов свинца с относительной погрешностью аттестованного значения не более ±1,0 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Примечания

1 Используемые реактивы должны соответствовать квалификации не ниже «чистый для анализа» (ч. д. а).

2 Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и реактивов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

9 Подготовка к проведению анализа

9.1 Приготовление раствора соли динатриевой этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водной (трилон Б) молярной концентрации 0,02 моль/дм^3

7,445 г трилона Б растворяют в 200 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

9.2 Приготовление стандартного раствора свинца

Навеску свинца массой 2,000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 40 см^3 азотной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1). Удаляют окислы азота кипячением, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,002 г свинца.

9.3 Установка массовой концентрации раствора трилона Б по свинцу

9.3.1 В стакан вместимостью 400 см^3 отбирают 50 см^3 стандартного раствора свинца, приливают 40 см^3 серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и осторожно выпаривают раствор на печке до выделения паров серной кислоты. Далее анализ проводят, как указано в 11.2.

9.3.2 Массовую концентрацию раствора трилона Б по свинцу T, г/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{\overline{V}}, \quad (1)$$

где m — масса навески свинца, содержащаяся в аликвотной части стандартного раствора, г;

$\overline{V}$ — средний (из трех параллельных) объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

10 Проведение анализа

10.1 Подготовка пробы

Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3, прибавляют 2 г щавелевой кислоты, приливают 20 см^3 азотной кислоты, накрывают фарфоровой чашкой или часовым стеклом и растворяют при нагревании в течение 15 мин. Затем снимают чашку, обмывают ее водой, приливают 10 см^3 соляной кислоты и 10 см^3 азотной кислоты, накрывают чашкой и кипятят раствор 15 мин. Снимают стакан с электрической плитки, обмывают чашку и стенки стакана водой, приливают 15 см^3 раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и нагревают до появления белых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 5 см^3 азотной кислоты и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты.

Если раствор приобретает темную окраску из-за присутствия органических веществ или содержит черные частицы, прибавляют осторожно, по каплям, азотную кислоту до их разрушения и вновь выпаривают раствор до появления паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой и выпаривают досуха. К охлажденному остатку приливают 200 см^3 раствора соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1), накрывают стакан чашкой и кипятят 15—20 мин до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки соляной кислотой (разбавленной в соотношении 1:1) и перемешивают.

10.2 Выполнение измерений

Аликвотную часть полученного раствора пробы объемом 25 см^3 помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 40 см^3 серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и нагревают до появления белых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления белых паров серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 120—150 см^3 воды, нагревают до кипения и охлаждают. Затем приливают при помешивании 40 см^3 этилового спирта (для лучшей коагуляции осадка) и оставляют на 4 ч (можно оставить на ночь).

Выделившийся осадок сернокислого свинца отфильтровывают через фильтр «синяя лента», стакан 3 раза ополаскивают серной кислотой (разбавленной в соотношении 1:50) и промывают осадок этой же кислотой 8—10 раз, а затем 4—5 раз водой.

Фильтр с осадком разрывают на две части и помещают в стакан, в котором проводилось осаждение, приливают 50 см^3 раствора уксуснокислого аммония, помещают стеклянную палочку, которой тщательно разрыхляют фильтр, накрывают стакан фарфоровой чашкой или часовым стеклом, нагревают до кипения и слабо кипятят в течение 20 мин.

Раствор вместе с фильтром переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3, стенки стакана и чашку тщательно обмывают горячей водой и доводят объем раствора до 250 см^3. В полученный раствор прибавляют 0,1 г индикатора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из фиолетовой в желтую.

11 Обработка результатов анализа

11.1 Массовую долю свинца в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot V \cdot V_к}{V_а \cdot m} \cdot 100, \quad (2)$$

где T — массовая концентрация раствора трилона Б по свинцу, г/см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

$V_к$ — объем исходного раствора, см^3;

$V_а$ — аликвотная часть раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

11.2 За результат анализа $\overline{X}$ принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли селена X_1 и X_2 (полученных в условиях повторяемости, каждое из которых выполнено из отдельной навески), и рассчитанных по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (3)$$

если абсолютное расхождение между результатами параллельных определений $|X_1 - X_2|$ не превышает предел повторяемости r, значения которого приведены в таблице А.1.

При превышении предела повторяемости получают еще два результата определений.

Если при этом расхождение максимального и минимального результатов четырех определений не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений. Значения критического диапазона для четырех результатов параллельных определений $CR_{0,95}(4)$ рассчитывают по формуле

$$CR_{0,95}(4) = 1,3r. \quad (4)$$

Если расхождение максимального и минимального результатов четырех определений превышает критический диапазон $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата принимают медиану четырех результатов параллельных определений.

12 Оформление результатов анализа

12.1 Результат анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде $\overline{X} \pm \Delta$,

где $\overline{X}$ — результат анализа, %;

Δ — погрешность результатов анализа, %.

12.2 Результат анализа оформляют записью в журнале, протоколом или регистрируют на электронных носителях.

13 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят с применением метода добавок. Величину добавки выбирают таким образом, чтобы сохранились оптимальные условия проведения измерений, предусмотренные методикой выполнения анализа.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = \overline{X}' - \overline{X} - C_д, \quad (5)$$

где $\overline{X}'$ — результат анализа пробы с добавкой (среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предел повторяемости r);

$\overline{X}$ — результат анализа пробы;

$C_д$ — значение добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2 + \Delta_д^2} = 1{,}41\Delta, \quad (6)$$

где Δ ($\Delta_д$) — значение показателя точности границ погрешности измерений (при P = 0,95), соответствующее содержанию компонента в пробе (пробе с добавкой).

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия

$$K_к \le K. \quad (7)$$

При нарушении условия (7) измерения повторяют. При повторном нарушении условия (7) измерения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Требования безопасности выполняемых работ и экологической безопасности

14.1 Помещение, в котором проводят анализ, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021.

14.2 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

14.3 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на оборудование.

14.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

14.5 Персонал лаборатории должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ Р 59123.

14.6 Утилизация отработанных проб, реактивов должна осуществляться в соответствии с действующими в лаборатории (на предприятии) нормативными документами.

Приложение А
(обязательное)

Значения погрешности, пределов повторяемости и воспроизводимости

Таблица А.1

Массовая доля свинца, %	Границы абсолютной погрешности измерений ±Δ, % (P = 0,95)	Нормативы точности, %	
		Предел повторяемости r (P = 0,95)	Предел воспроизводимости R (P = 0,95)
От 40,0 до 95,0 включ.	0,6	0,6	0,8

Библиография

[1] РМГ 29—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[2] РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[3] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 669.054.8:546.815:006.354

ОКС 77.120.01
77.120.60
77.040.30

Ключевые слова: лом и отходы, свинцовые аккумуляторы, свинец, массовая доля, трилон Б, титриметрический метод

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 28.04.2026. Подписано в печать 14.05.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru