ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

СВИНЕЦ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10275—74

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.817'264-41[083.74] Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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 результат 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°С 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 NO_3, 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, см³	Объем раствора Б, см³	Концентрация в растворе сравнения, мг/100 см³			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 Б, 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 анилизируемых 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. 20.11.84 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.

gost.e-ecolog.ru

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