

РЕАКТИВЫ

СВИНЕЦ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ ОСНОВНОЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 7—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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 ($\text{K}+\text{Na}+\text{Ca}$), %, 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- Na-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- Na-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 визуальном-нефелометрическом определении) и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуальном-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 (парадиоксibenзол) 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 быстродействующий: 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 фотолампе не менее трех раз.

3.6.4. Обработка спектрограмм и результатов

Фотолампу 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

мель 327,3 свинец 322,0

железо 302,0 свинец 322,0

Для каждой аналитической линии вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{\text{пр}} - S_{\text{рб}}$,
 где $S_{\text{пр}}$ — почернение линии примеси;
 $S_{\text{рб}}$ — 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 $\text{Na} - 589,0-589,6$, $\text{K} - 766,5-769,9$ и $\text{Ca} - 422,7$ 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 ± 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. 6а).

(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—I 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.

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	3.1a
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.И. 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. С 1895. 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