ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

СВИНЕЦ (II) АЗОТНОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4236—77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

РАЗРАБОТАН ВНИИ химических реактивов и особо чистых химических веществ (ИРЕА)

Зам. директора ИРЕА **Г. В. Грязнов**
Руководители темы: **Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг**
Исполнители: **В. Н. Смородинская, Е. К. Богомолова, Л. В. Кидиярова, Г. И. Федотова**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии **В. Ф. Ростунов**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 ноября 1977 г. № 2780

к ГОСТ 4236—77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 4.1	На этикетке должна быть надпись «Яд».	На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5 основной и 6а дополнительный, классификационный шифр 5122, серийный номер ООН 1469).

(ИУС № 5 1990 г.)

УДК 546.817'175—41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

СВИНЕЦ (II) АЗОТНОКИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents Lead nitrate
Specification

ГОСТ 4236—77

Взамен
ГОСТ 4236—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 ноября 1977 г. № 2780 срок действия установлен

с 01.01. 1979 г.
до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — азотнокислый свинец (II), который представляет собой бесцветные кристаллы в массе белого цвета, растворимые в воде.

Формула $Pb(NO_3)_2$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 331,2.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ РС 3265—71 в части касающейся методов анализа.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1978

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.)	Чистый для анализа (ч. д. а)	Чистый (ч)
1. Массовая доля азотнокислого свинца (II) $[Pb(NO_3)_2]$, %, не менее	99,5	99,0	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,005	0,020
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0010	0,0050
4. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010	0,0030
5. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,00025	0,00050	0,00100
6. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,002	0,004	0,008
7. Массовая доля суммы калия и натрия (K+Na), %, не более	0,004	0,020	0,040
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	0,010	0,020
9 pH 5%-ного раствора препарата, не ниже	3	3	Не нормируется

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 200 г.

3.2. Определение массовой доли азотнокислого свинца (II)

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом 0,4—0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 мл, растворяют в 100 мл воды и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса азотнокислого свинца (II), соответствующая 1 мл точно 0,05 М раствора трилона Б, равна 0,01656 г.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов, в тех же условиях, и при обнаружении свинца в реактивах в результат анализа вносят соответствующую поправку.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.3.2. *Проведение анализа*

20 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 300—400 мл и растворяют при нагревании в 200 мл дистиллированной воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 1 ч, 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 мл 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 химический чистый — 1 мг,

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 4 мг.

3.4. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 40 мл воды, прибавляют 2 мл 25%-ного раствора азотной кислоты и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, предварительно промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом без добавления раствора азотной кислоты.

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 — 0,10 мг.

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

3.5. Определение массовой доли железа, магния, меди

3.5.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Спектрограф кварцевый ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-2.

Спектропроектор типа ПС-18.

Микрофотометр типа МФ-2.

Лампа инфракрасная.

Ступка и пестик из органического стекла.

Чашка платиновая.

Угли графитированные для спектрального анализа (электроды угольные марки ОС.Ч. 7—3, диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на конус, в нижнем высверлен цилиндрический канал диаметром 3 мм, глубиной 6 мм).

Порошок графитовый марки ОС.Ч. 7—4.

Фотопластинки спектральные типа II, светочувствительностью 15 ед.

Свинец (II) азотнокислый для спектрального анализа, х. ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Растворы, содержащие Fe, Mg, Cu; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением и смешением готовят растворы, содержащие по 0,1 мг/мл Fe, Mg, Cu.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5.1177—71.

Натрий сернистокислый 7-водный по ГОСТ 429—76.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

раствор Б — 16 г безводного углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют, затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора до 2 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

3.5.2. *Подготовка к анализу*

Пробы для анализа готовят, смешивая анализируемый препарат с графитовым порошком 1 : 1.

При приготовлении каждого образца для построения градуировочного графика 5 г азотнокислого свинца (II) для спектрального анализа взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в платиновую чашку, растворяют в 50 мл воды и при-

бавляют растворы, содержащие определяемые примеси в количествах, указанных в табл. 2

Раствор выпаривают на водяной бане, сушат под инфракрасной лампой, тщательно растирают в течение 2 ч и смешивают с графитовым порошком 1 1 в ступке из органического стекла, предварительно протертой спиртом

Таблица 2

Номер образца	Масса примесей, мг			Массовая доля примесей в пересчете на препарат, %		
	Mg	Fe	Cu	Mg	Fe	Cu
1	0,1	0,025	0,0125	0,002	0,0005	0,00025
2	0,2	0,05	0,025	0,004	0,001	0,0005
3	0,4	0,15	0,05	0,008	0,003	0,001

3.5 3 *Проведение анализа*

Анализ проводят в дуге переменного тока при указанных ниже условиях.

Сила тока, А	8
Напряжение, В	220
Ширина щели, мм	0,015
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5
Экспозиция, с	45

Перед съемкой спектрограммы угольные электроды обжигают в дуге переменного тока при силе тока 8 А в течение 30 с и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах определяемых примесей.

После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода (анода) вносят анализируемую пробу или образец для построения градуировочного графика, зажигают дугу и снимают спектрограмму

Спектры анализируемой пробы и образцов для построения градуировочного графика снимают на одной фотопластинке не менее трех раз. Для каждого спектра берут новую пару электродов.

3.5 4. *Обработка результатов*

Фотопластинки со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых примесей и линии сравнения, пользуясь логарифмической шкалой

Аналитическая линия определяемого элемента, нм	Линия сравнения, нм
Mg —279,5	Pb—311,8
Fe —302,0	Pb—311,8
Cu —327,3	Pb—311,8

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений (ΔS)

$$\Delta S = S_{пр} - S_{Pb},$$

где $S_{пр}$ — почернение линии примеси;

S_{Pb} — почернение линии свинца.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждой примеси.

По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочного графика для каждого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, на оси ординат — средние арифметические значения разности почернений ($\Delta S'$).

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

Относительное стандартное отклонение метода составляет 20%.

3.6. Определение массовой доли калия, натрия и кальция

3.6.1. *Приборы, реактивы и растворы*

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

Фотоумножители типа ФЭУ-22 (для определения калия), ФЭУ-17 (для определения натрия и кальция), ФЭУ-38, ФЭУ-51.

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882—73.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75 (для определения кальция).

Пропан-бутан (для определения натрия и калия).

Горелка.

Распылитель.

Свинец (II) азотнокислый для спектрального анализа, х.ч., с установленным по методу добавок содержанием натрия, калия и кальция.

Растворы, содержащие Na, K и Ca готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением и смешением получают раствор с концентрацией 0,1 мг/мл Na, K, Ca — раствор А.

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

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

3.6.2. *Подготовка к анализу*

3.6.2.1. Приготовление анализируемых растворов.

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл, растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.6.2.2. Приготовление растворов сравнения.

В пять стаканов вместимостью 100 мл каждый помещают по 5 г азотнокислого свинца (II) для спектрального анализа, взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в воде, растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 мл каждая и вводят количества раствора А, указанные в табл. 3.

Затем объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, мл	Концентрация в растворе сравнения, мг/100 мл			Массовая доля в пересчете на препарат, %		
		Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	0	—	—	—	—	—	—
2	1	0,1	0,1	0,1	0,002	0,002	0,002
3	2,5	0,25	0,25	0,25	0,005	0,005	0,005
4	5	0,5	0,5	0,5	0,01	0,01	0,01
5	10	1	1	1	0,02	0,02	0,02

3.6.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na—589,0—589,6 нм, K—766,5 нм, 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 массовой доли примесей.

Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли примесей, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого замера распыляют воду.

3.6.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примесей в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю натрия, калия и кальция находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля суммы калия и натрия и массовая доля кальция не будут превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20% относительно вычисляемой величины.

3.7. Определение pH 5%-ного раствора препарата

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 95 мл дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—75), и измеряют pH раствора на pH-метре со стеклянным электродом.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Б-1, Б-5п, Б-6.

Группа фасовки: IV, V, VI.

На этикетке должна быть надпись «Яд».

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 отдельно от легковоспламеняющихся и горючих веществ.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата—три года со дня изготовления. По истечении указанного срока препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Азотнокислый свинец (II) ядовит. Предельно допустимая концентрация его в пересчете на свинец в воздухе рабочей зоны производственных помещений 0,01 мг/м^3. При увеличении концентрации может вызывать острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем.

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. 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 следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

6.4. При проведении анализа с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 12.12.77 Подп. в печ. 10.01.78 0,75 п. л. 0,63 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп

Ордена «Знак Почета». Издательство стандартов. Москва, Д 557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1506

Изменение № 1 ГОСТ 4236—77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.03 83 № 1345 срок введения установлен

с 01 08.83

Под наименованием стандарта проставить код ОКП 26 2423 0010 07.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1 2 Таблица 1 Головку дополнить кодами для «Химически чистого (х ч.)» — ОКП 26 2423 0013 04, для «Чистого для анализа (ч д а)» — ОКП 26 2423 0012 05 , для «Чистого (ч)» — ОКП 26 2423 0011 06,

графа «Чистыи (ч.)» Заменить нормы пункт 4 — 0,0030 на 0,0020; пункт 7 — 0,040 на 0,020;

графа «Чистый для анализа (ч д а)» Пункт 7 Заменить норму. 0,020 на 0,010

(Продолжение см. стр. 198)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4236—77)

Пункт 3.1. Заменить значение: 200 на 300

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1*а* (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77»

Пункт 3.3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 9775—69 на ГОСТ 25336—82

Пункт 3.4. Заменить ссылку: ГОСТ 10671.7—74 на ГОСТ 10671.7—74

Пункт 3.5.2. Таблица 2. Для образца 3 заменить значения: 0,15 на 0,1, 0,003 на 0,002

Пункт 4.1. Заменить слова: «Вид упаковки Б-1, Б-5п, Б-6» на «Вид и тип тары 2—1, 2—4, 2—9», дополнить группой фасовки (после группы VI): «VII до 10 кг»

Пункт 5.1. Исключить слова: «установленных стандартом»

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления»

Пункт 6.2. Заменить слово: «меры» на «правила»

(ИУС № 7 1983 г.)