

РЕАКТИВЫ

**СВИНЕЦ (II) СЕРНОКИСЛЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

## Реактивы

## СВИНЕЦ (II) СЕРНОКИСЛЫЙ

ГОСТ  
10539—74

## Технические условия

Reagents. Lead sulfate.  
Specifications

ОКП 26 2423 0380 06

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на серноокислый 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. Серноокислый свинец (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

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

| Наименование показателя  | Норма                      |                                |                     |
|--|----------------------------|--------------------------------|---------------------|
|  | Химически чистый<br>(х.ч.) | Чистый для анализа<br>(ч.д.а.) | Чистый (ч.)         |
|  | ОКП 26 2423 0383 03        | ОКП 26 2423 0382 04            | ОКП 26 2423 0381 05 |
| 1. Массовая доля серноокислого 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. Сернистый 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/м<sup>3</sup>. 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 сернистого свинца (II) проводят по ГОСТ 10398 (п. 4.17).

При этом около 0,4500 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> буферного раствора II, прибавляют 70 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> ксиленолового оранжевого и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса сернистого свинца (II), соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б концентрации точно с (ди-На-ЭДТА) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 М), равна 0,01516 г.

Одновременно проводят контрольный опыт с 30 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную.

При необходимости в результат анализа вводят поправку на контрольное титрование.

Раствор уксуснокислого свинца концентрации с (Рb(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 18,97 г уксуснокислого свинца по ГОСТ 1027 растворяют в воде по ГОСТ 6709, прибавляют 5 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты по ГОСТ 61 и доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Поправочный коэффициент раствора уксуснокислого свинца концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> определяют следующим образом: 25 см<sup>3</sup> приготовленного раствора уксуснокислого свинца, отмеренного бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 70 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> буферного раствора II, 1 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup> до перехода фиолетово-красной окраски раствора в лимонно-желтую.

Поправочный коэффициент (K) для раствора уксуснокислого свинца концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

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  $\pm 0,4$  % 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 см<sup>3</sup>), прибавляют 40 см<sup>3</sup> 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  $\pm 45$  % для препаратов «химически чистый» и «чистый для анализа» и  $\pm 15$  % 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 см<sup>3</sup> раствора прибавляют 2,5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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  $\pm 45$  % 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 см<sup>3</sup>, прибавляют 30—40 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> фильтрата (соответствуют 0,3 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют пипеткой 4 см<sup>3</sup> 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<sub>3</sub>,
- для препарата чистый для анализа — 0,030 мг NO<sub>3</sub>,

1 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора индигокармина и 12 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, прибавляют 45 см<sup>3</sup> воды, 2,5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и сохраняют для определения содержания хлоридов по п. 3.7.

Далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа азотной кислотой, взяв 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> вместо 40 см<sup>3</sup>) методом, взяв цилиндром (1—50 по ГОСТ 1770) 40 см<sup>3</sup> 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 серноокислого 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.И. Прусакова*  
 Корректор *О.В. Кош*  
 Компьютерная верстка *Е.Н. Мартыановой*

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. С 1761. Зак. 50.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
 Фиднал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.  
 Плр № 080102