

**Изменение № 1 ГОСТ 11840—76 Реактивы. Свинец (II) углекислый основной.
Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и
метрологии СССР от 27.09.91 № 1502**

Дата введения 01.07.92

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2423 0460 07.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив —»;

третий абзац. Заменить слово и дату: «Молекулярная» на «Относительная
молекулярная», 1971 г. на 1985 г.;

четвертый абзац исключить;

(Продолжение см. с. 94)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11840—76)

дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.1а (перед п. 1.1): «1.1а. Основной углекислый свинец (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке».

Пункт 1.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 95)

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 (K+Na+Ca), %, не более	0,03	0,05

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-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».

Пункт 3.1. Заменить слова: «не должна быть менее 100 г» на «должна быть не менее 60 г».

Пункт 3.2. Наименование. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»;

второй абзац после слова «образом» изложить в новой редакции: «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—76»;

третий абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

формула. Экспликация. Заменить слова: «объем точно 0,05 М раствора трилона Б» на «Объем раствора трилона Б концентрации точно с (ди-На-ЭДТА)=0,05 моль/дм³»; «количество свинца, соответствующее 1 мл точно 0,05 М раствора трилона Б, г» на «масса свинца, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно с (ди-На-ЭДТА)=0,05 моль/дм³, г»;

пункт дополнить абзацами: «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 $P=0,95$.

Пункт 3.3. Заменить слова: «содержания нерастворимых» на «массовая доля нерастворимых».

Пункт 3.3.1. Наименование. Исключить слово: «Применяемые»;

второй абзац. Заменить слова: «2%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 2 %»;

дополнить абзацами (после второго): «пипетка 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74»;

стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74».

(Продолжение см. с. 96)

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «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»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ для препарата квалификации ч. д. а. и $\pm 15\%$ для препарата квалификации ч. при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Наименование. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»;

первый абзац. Заменить слова: «1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «1,00 г препарата», «плотный беззольный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента»;

второй абзац. Заменить слова: «0,2 препарата) помещают» на «0,20 г препарата) помещают пипеткой».

Пункт 3.5. Наименование. Заменить слово : «содержания» на «массовой доли»;

первый абзац. Заменить слова: «2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «2,00 г препарата»; «25%-ного раствора азотной кислоты» на «раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %»;

второй абзац. Заменить слова: «плотный беззольный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента»;

третий абзац после слова «(соответствуют) изложить в новой редакции: «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 визуально-нефелометрическом определении и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, прибавляя 1 см³ раствора азотной кислоты (вместо 2 см³»);

четвертый абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса»;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.6. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.6.1. Наименование. Исключить слово: «Применяемые»;

шестой абзац до слов «верхний электрод» изложить в новой редакции: «угли графитированные для спектрального анализа ос. ч. 7—3 (электроды угольные)»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79»;

дополнить абзацами (после девятого): «пипетка 4(5)—2—1 по ГОСТ 20292—74»;

стакан В(Н)-1.—100 ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «ступка 1(2) фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147—80»;

пятнадцатый абзац. Заменить слово: «(параметиламинофенолсульфат)» на «(4-метиламинофенол сульфат)»;

шестнадцатый, семнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «натрий сульфит 7-водный по ТУ 6—09—5313—87, ч.;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86»;

восемнадцатый абзац. Исключить слово: «безводный»;

девятнадцатый абзац. Заменить слово: «кристаллический» на «10-водный»;

двадцатый абзац после значения 104 г изложить в новой редакции: «7-водного сульфита натрия растворяют в дистиллированной воде, доводят объем

(Продолжение см. с. 97)

раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор I—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;

двадцать первый абзац. Заменить слово и единицу физической величины: «серноватистокислового» на «5-водного серноватистокислового», л на дм³;

двадцать третий абзац. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %».

Пункт 3.6.2.1 изложить в новой редакции: «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».

Пункт 3.6.2.2. Наименование. Заменить слово: «образцов» на «образцов сравнения»;

первый абзац до слов «и далее» изложить в новой редакции: «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, прибавляя указанные в табл. 2 объемы раствора А и Б».

Пункт 3.6.3. Первый абзац. Заменить слово: «образец» на «образец сравнения»;

второй абзац. Заменить слово: «образцов» на «образцов сравнения».

Пункт 3.6.4. Третий абзац. Заменить формулу:

$$\Delta S : \Delta S = S_{\text{пр}} - S_{\text{РВ}} \text{ на}$$

$$\Delta S = S_{\text{пр}} - S_{\text{РВ}};$$

пятый абзац изложить в новой редакции: «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»;

шестой абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

седьмой абзац исключить;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 50 %»;

последний абзац исключить;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 25 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.7. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.7.1. Наименование. Исключить слово: «Применяемые»;

третий абзац изложить в новой редакции: «воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов»;

дополнить абзацами (после пятого): «колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74»;

пипетка 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74»;

стакан В(Н)-1—50 по ГОСТ 25336—82»;

цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74»;

шестой абзац. Заменить слова: «азотнокислый для спектрального анализа, х. ч.» на «(II) нитрат для спектрального анализа, х. ч., по ТУ 6—09—2008—77»;

седьмой абзац. Заменить слова: «содержащие по» на «с массовой концентрацией по».

Пункт 3.7.2.1 до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «1,00 г препарата помещают в стакан».

(Продолжение см. с. 98)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11840—76)

Пункт 3.7.2.2 после слова «сравнения» изложить в новой редакции: «четыре навески препарата нитрата свинца (II) по 1,30 г каждой 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. Головку изложить в новой редакции:

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

заменить значения: 0,1 на 0,10 (3 раза); 0,2 на 0,20 (3 раза); 0,01 на 0,010 (3 раза); и 0,02 на 0,020 (3 раза).

Пункт 3.7.3. Четвертый абзац. Заменить слова: «процентное содержание» на «массовую долю»;

пятый абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %»;

дополнить абзацем. «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 11—1 и 11—6»;

третий абзац дополнить словами: «VII до 50 кг»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «На тару наносят (по аналогии с карбонатом свинца (II)) знаки опасности по ГОСТ 19433—83 (классификационный шифр 6163; класс 6, подкласс 6.1, черт. 6а)».

Пункты 5.1, 5.2, 6.1 изложить в новой редакции: «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.

6.1. Предельно допустимая концентрация основного углекислого свинца (II) (по свинцу) в воздухе рабочей зоны — 0,01 мг/м³ — максимально разовая и 0,005 мг/м³ — среднесменная; класс опасности — 1 по ГОСТ 12.1.005—88. Вызывает острые хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем. Особенно сильные изменения вызывает в центральной нервной системе, крови и сосудах».

Пункт 6.4. Исключить слово: «механической».

(ИУС № 12 1991 г.)