

ГОСТ 4165-78

Группа Л51

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

### РЕАКТИВЫ

### МЕДЬ (II) СЕРНОКИСЛАЯ 5-ВОДНАЯ

### ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

### REAGENTS. COPPER (II) SULPHATE PENTAHYDRATE. SPECIFICATIONS

ОКП 26 2224 0330 03

Дата введения 1979-01-01

### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.02.78 N 530
3. ВЗАМЕН ГОСТ 4165-68
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007-76	6.1
ГОСТ 61-75	3.2.1
ГОСТ 1770-74	3.2.1; 3.3.1; 3.8.1; 3.9.1
ГОСТ 3118-77	3.9.1
ГОСТ 3760-79	3.9.1
ГОСТ 3885-73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4109-79	3.9.1
ГОСТ 4204-77	3.3.1; 3.8.1
ГОСТ 4212-76	3.9.1
ГОСТ 4232-74	3.2.1
ГОСТ 4461-77	3.7; 3.9.1
ГОСТ 4517-87	3.8.1; 3.9.1
ГОСТ 5828-77	3.9.1
ГОСТ 6709-72	3.2.1; 3.3.1; 3.8.1; 3.9.1
ГОСТ 9147-80	3.8.1
ГОСТ 10163-76	3.2.1
ГОСТ 10485-75	3.7
ГОСТ 10555-75	3.6; приложение 2
ГОСТ 10671.4-74	3.4
ГОСТ 10671.7-74	3.5
ГОСТ 18300-87	3.9.1

ГОСТ 19433-88	4.1
ГОСТ 19908-90	3.8.1
ГОСТ 25336-82	3.2.1; 3.3.1; 3.4; 3.8.1; 3.9.1
ГОСТ 25794.2-83	3.2.1
ГОСТ 27025-86	3.1а
ГОСТ 27068-86	3.2.1

5. Снято ограничение срока действия Постановлением Госстандарта от 24.09.92 N 1264

6. ИЗДАНИЕ (октябрь 2001 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г., сентябре 1992 г. (ИУС 5-83, 6-88, 12-92)

Настоящий стандарт распространяется на 5-водную сернокислую медь (II), которая представляет собой синий кристаллический порошок, растворима в воде, разбавленном спирте и концентрированной соляной кислоте; выветривается на воздухе.

Формула  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ .

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) - 249,69.

Допускается изготовление меди (II) сернокислой 5-водной по ИСО 6353-2-83 (Р.9) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1-82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 5-водная сернокислая медь должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 5-водная сернокислая медь (II) должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2224 0333 00	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2224 0332 01	Чистый (ч.) ОКП 26 2224 0331 02
1. Массовая доля 5-водной сернокислой меди (II) ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ), %, не менее	99,5	99,5	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,004	0,008
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001	0,002	0,008
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0005	0,0050
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,005	0,020
6. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,0005	0,0005	He

7. Массовая доля неосаждаемых сероводородом веществ в виде сульфатов, %, не более	0,05	0,10	нормируется 0,20
8. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,002	Не нормируется	

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

2.2. Определение массовых долей хлоридов, общего азота и неосаждаемых сероводородом веществ в виде сульфатов изготовитель проводит в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025.

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

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 300 г.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.2. Определение массовой доли 5-водной сернокислой меди (II)

3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка вместимостью 50 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup>.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные вместимостью 2,5 и 10 см<sup>3</sup>.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная, х.ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1%.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации  $c$  ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

(Измененная редакция, Изм. N 2,

3).

### 3.2.2. Проведение анализа

1,0000 г препарата помещают в колбу, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, 3 г йодистого калия, перемешивают и титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистокислового натрия, прибавляя в конце титрования 2 см<sup>3</sup> раствора крахмала.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

### 3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю 5-водной сернокислой меди (II) ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,02497 \cdot 100}{m},$$

где  $V$  - объем раствора 5-водного серноватистокислового натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  - масса навески, г;

0,02497 - масса 5-водной сернокислой меди (II), соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислового натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup>, г.

В результат анализа вносят поправку на массу йодатов в применяемом количестве йодистого калия, определяемую контрольным опытом.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допустимого расхождения, равного 0,3%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,4\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3)

## 3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

### 3.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Стакан В-1-600 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-500-2 или мензурка 500 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20%.

### 3.3.2. Проведение анализа

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды, предварительно нагретой до 60 °С и подкисленной 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты. Раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 150 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 - 2 мг,

для препарата чистый - 4 мг.

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

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

### 3.4. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4. При этом 2,00 г препарата химически чистый или 1,00 г препарата чистый для анализа и чистый помещают в колбу К-2-250-34 ТХС (ГОСТ 25336), растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят визуально-колориметрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,02 мг N,

для препарата чистый для анализа - 0,02 мг N,

для препарата чистый - 0,08 мг N. 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и 1 см<sup>3</sup> раствора реактива Несслера или Несслера-Винклера.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

### 3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 5,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25%, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

20 см<sup>3</sup> полученного раствора (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до 39 см<sup>3</sup> и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом в объеме 40 см<sup>3</sup>, не прибавляя азотную кислоту.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и

содержащего в таком же объеме: 20 см<sup>3</sup> раствора 5-водной сернокислрой меди (II), не содержащего хлоридов,

для препарата химически чистый - 0,005 мг Cl,

для препарата чистый для анализа - 0,005 мг Cl,

для препарата чистый - 0,050 мг Cl и 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислового серебра.

Раствор 5-водной сернокислрой меди (II), не содержащий хлоридов, готовят следующим образом: 5,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25%, 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислового серебра, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и оставляют на 12 ч в темном месте.

Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

### 3.6. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и далее определение проводят сульфосалициловым методом с предварительным отделением железа раствором аммиака в присутствии хлористого аммония, растворяя осадок на фильтре 3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты вместо 2 см<sup>3</sup>. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Для анализа берут 25 см<sup>3</sup> полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) для препарата химически чистый и чистый для анализа и 12,5 см<sup>3</sup> (соответствуют 0,25 г препарата) для препарата чистый. Определение проводят, не прибавляя раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,025 мг,

для препарата чистый - 0,050 мг.

В результат анализа вносят поправку на массу железа в применяемых количествах реактивов, определяемую контрольным опытом.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

### 3.7. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 40 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты (ГОСТ 4461), нагревают до кипения и кипятят 1-2 мин. К горячему раствору прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора железоаммонийных квасцов с массовой долей 1% и при перемешивании раствор аммиака с массовой долей 25% до полного растворения выпавшего осадка основной соли меди. Затем прибавляют 2 см<sup>3</sup> избытка раствора аммиака, доводят раствор до кипения и выдерживают

30 мин на кипящей водяной бане.

Горячий раствор фильтруют через обеззоленный фильтр "белая лента", осадок на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> горячей воды, содержащей 2 см<sup>3</sup> раствора аммиака, до исчезновения синей окраски на фильтре, отбрасывая фильтрат и промывные воды.

Осадок на фильтре растворяют 20 см<sup>3</sup> горячего раствора серной кислоты.

4 см<sup>3</sup> полученного раствора (соответствуют 0,10 г препарата) помещают в колбу прибора для определения мышьяка и далее определение проводят визуальным методом с применением бромнортутовой бумаги в сернистой среде, прибавляя 16 см<sup>3</sup> серной кислоты вместо 20 см<sup>3</sup>.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутовой бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутовой бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме 0,0005 мг As, 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> раствора 2-водного двухлористого олова и 5 г цинка.

3.6, 3.7. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.8. Определение массовой доли неосаждаемых сероводородом веществ в виде сульфатов

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка градуированная вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Цилиндры 1(3)-250-2 и 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Чаша 100 по ГОСТ 19908.

Чашка выпарительная 3 по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20%; готовят по ГОСТ 4517.

Сероводород.

3.8.2. Проведение анализа

10,00 г препарата помещают в колбу (с меткой на 150 см<sup>3</sup>) и растворяют в 140 см<sup>3</sup> воды. К раствору прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и нагревают до 70-80 °С. Колбу помещают в горячую баню и медленно пропускают сероводород до полного осаждения сернистой меди (проба на полноту осаждения). Затем объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Охлажденный отстоявшийся раствор быстро фильтруют через складчатый фильтр, полностью заполняя его фильтруемой жидкостью (для предотвращения возможного окисления сернистой меди и прохождения, вследствие этого, меди в фильтрат).

75 см<sup>3</sup> фильтрата (соответствуют 5 г препарата) цилиндром 1(3)-100-2 помещают в предварительно доведенную до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) выпарительную чашку или кварцевую чашу и выпаривают сначала на водяной, а затем на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты. Остаток прокаливают в муфельной печи при 500-600 °С до

постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливании не будет превышать:

- для препарата химически чистый - 2,5 мг,
- для препарата чистый для анализа - 5,0 мг,
- для препарата чистый - 10,0 мг.

Остаток сохраняют для определения массовой доли никеля по п.3.9.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 15\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.8.1, 3.8.2. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

### 3.9. Определение массовой доли никеля

#### 3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Пипетка градуированная вместимостью 5 или 10 см<sup>3</sup>.

Пробирка П1-16-150 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)-25-2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10%.

Аммоний гидроцитрат (аммоний лимоннокислый двузамещенный), раствор с массовой долей 10%.

Бром по ГОСТ 4109, насыщенный водный раствор (бромная вода); готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 концентрированная и раствор с массовой долей 25%; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий Ni; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> Ni.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Смесь кислот; готовят, смешивая концентрированную азотную и соляную кислоты в объемном соотношении 1:3.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

#### 3.9.2. Проведение анализа

К остатку, полученному по п.3.8, прибавляют 4 см<sup>3</sup> смеси кислот и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25% и 19 см<sup>3</sup> воды и фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента".



2 см<sup>3</sup> полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в пробирку из бесцветного стекла, прибавляют при перемешивании 2 см<sup>3</sup> раствора двузамещенного лимоннокислого аммония, 1 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 1 см<sup>3</sup> бромной воды, 7 см<sup>3</sup> раствора аммиака и 3 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин по оси пробирки розовато-оранжевая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: для препарата химически чистый

0,01 мг Ni, 0,1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 2 см<sup>3</sup> раствора двузамещенного лимоннокислого аммония, 1 см<sup>3</sup> бромной воды, 7 см<sup>3</sup> раствора аммиака и 3 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

#### 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, 6-1, II-1, II-6.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

Классификационный шифр грузов по ГОСТ 19433-9153\*.

---

\* Соответствует оригиналу. - Примечание

"КОДЕКС". (Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

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 препарата требованиям настоящего стандарта, при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - два года со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

#### 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 5-водная сернокислая медь (II) - негорючее токсичное вещество. При попадании внутрь организма вызывает отравление, при попадании на кожу и слизистые оболочки - раздражение. По степени воздействия на организм человека относится к веществам 2-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны - 0,5 мг/м<sup>3</sup> (по меди).

6.2. При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, а также соблюдать правила личной гигиены.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата в лабораториях следует проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1 Обязательное

### ИСО 6353-2-83 РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ЧАСТЬ 2. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ. ПЕРВАЯ СЕРИЯ

#### Р.9. МЕДЬ (II) СЕРНОКИСЛАЯ 5-ВОДНАЯ. ОТНОСИТЕЛЬНАЯ МОЛЕКУЛЯРНАЯ МАССА 249,68.

##### Р.9.1. Технические требования

Массовая доля сернокислой 5-водной меди

(II) ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) %, не менее	99,0
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001
Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,003
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,005
Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,005
Массовая доля калия (K), %, не более	0,001
Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,005
Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,05.

##### Р.9.2. Приготовление анализируемого раствора

10 г препарата растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды и разбавляют до 100 см<sup>3</sup>.

##### Р.9.3. Методы анализа

###### Р.9.3.1. Определение массовой доли сернокислой 5-водной меди (II)

Около 1,0000 г препарата взвешивают и растворяют в 60 см<sup>3</sup> воды.

К этому раствору прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 20% и 3 г йодида калия. Титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия молярной концентрации точно  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, добавляя к концу титрования раствор крахмала.

Раствор крахмала готовят следующим образом: из 1,0 г растворимого крахмала и 5 см<sup>3</sup> воды приготавливают пасту, вносят эту пасту, перемешивая, в 100 см<sup>3</sup> кипящей воды, кипятят несколько минут и охлаждают. Раствор годен в течение двух недель. (Срок годности раствора может быть продлен до нескольких месяцев добавлением нескольких капель раствора формальдегида).

1,00 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации точно  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,02497 г  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

###### Р.9.3.2. Определение массовой доли хлоридов

10 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.9.2) разбавляют до 20 см<sup>3</sup> водой и анализируют в соответствии с ОМ 2\*.

\* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-1-82.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см<sup>3</sup> хлоридного раствора сравнения II (1 см<sup>3</sup> = 0,001% Cl).

Хлоридный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом:

1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

#### Р.9.3.3. Определение массовой доли общего азота

10 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.9.2) анализируют в соответствии с ОМ 6\*.

\* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-1-82.

Готовят контрольный раствор, используя 3 см<sup>3</sup> азотсодержащего раствора сравнения II (3 см<sup>3</sup> = 0,003% N).

Азотсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим

образом: 6,07 г NaNO<sup>3</sup> растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

#### Р.9.3.4. Определение массовой доли железа

К 10 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.9.2) прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 1 каплю азотной кислоты. Экстрагируют 20 см<sup>3</sup> 4-метил-2-пентанона и промывают органическую фазу 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25%.

Экстрагируют железо из органической фазы 20 см<sup>3</sup> воды. Отделяют водную фазу и анализируют в соответствии с ОМ 8.1\*.

\* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-1-82.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см<sup>3</sup> железосодержащего раствора сравнения II (5 см<sup>3</sup> = 0,005% Fe).

Железосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим

образом: к 8,63 г NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 12H<sub>2</sub>O добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 25%, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

#### Р.9.3.5. Определение массовой доли никеля и цинка

Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектроскопии в соответствии с ОМ 29\* при следующих условиях:

\* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-1-82

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ni	1%	Воздух-ацетилен	232,0 или 325,5
Zn			589,0

#### Р.9.3.6. Определение массовой доли калия и натрия

Определение проводят методом пламенной фотометрии в соответствии с ОМ 30\* при следующих условиях:

\* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-1-82.

Элемент	Концентрация раствора	Пламя	Длина волны, нм
K	Анализируемый раствор (Р.9.2)	Кислород-ацетилен	766,5
Na			589,0

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Обязательное

### ИСО 6353-1-82 ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ. ЧАСТЬ 1. ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ

#### 5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Указанный объем анализируемого раствора подкисляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра с массовой долей приблизительно 1,7%.

Смеси дают постоять 2 мин, после чего сравнивают ее опалесценцию с опалесценцией смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего раствора сравнения.

#### 5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему анализируемого раствора, разбавленному при необходимости до объема 140 см<sup>3</sup> в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32% и 1,0 г сплава Декарда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см<sup>3</sup> реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 0,5%. Добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32%, 2 см<sup>3</sup> реактива Несслера и разбавляют до объема 100 см<sup>3</sup>.

Сравнивают интенсивность желтого окрашивания полученного раствора с интенсивностью окрашивания раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего раствора сравнения

#### 5.8.1. Определение массовой доли железа с использованием 1,10-фенантролина (ОМ 8.1) по ГОСТ 10555.

#### 5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

##### 5.29.1. Общие указания

Анализируемый препарат или его раствор всасывается в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, обеспечивающее испарение анализируемого препарата и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов анализируемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

##### 5.29.2. Методика анализа

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с анализируемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности. Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников. Его прибор укомплектован пламенным источником атомов, определение обычно проводят, используя водные растворы анализируемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляют для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация приводятся в описаниях, относящихся к определенному конкретному реактиву.

### 5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

#### 5.30.1. Общие указания

Этот метод основан на измерении интенсивности светового излучения, испускаемого некоторыми атомами при переходе из возбужденного состояния в состояние с более низкой энергией. Атомы переходят в возбужденное состояние в пламени, создаваемом подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряют с помощью подходящей фотометрической системы либо с монохроматором, либо с фильтрами.

Примечание. Могут быть использованы отличные от указанных в описаниях смеси газов для пламени, при этом может возникнуть необходимость соответственно изменить рекомендованные в этих же описаниях концентрации растворов.

#### 5.30.2. Методика анализа

Методика анализа сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии и здесь также возможно дать лишь общие указания. Условия для каждого конкретного анализа можно найти в описаниях, касающихся анализируемого реактива.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. (Введены дополнительно, Изм. N 3).

Текст документа сверен по:  
официальное издание  
М.: ИПК Издательства стандартов, 2001