ГОСТ 4174—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

ЦИНК СЕРНОКИСЛЫЙ 7-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.47'226—41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

ЦИНК СЕРНОКИСЛЫЙ 7-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4174—77

Reagents. Zinc sulphate, 7-aqueous. Specifications

ОКП 26 2225 0280 02

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 7-водный сернокислый цинк, представляющий собой белый кристаллический порошок или кристаллы, выветривающиеся в сухом воздухе, растворимый в воде, нерастворимый в спирте.

Формула $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 287,54.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 7-водный сернокислый цинк должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 7-водный сернокислый цинк должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2225 0283 10	чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2225 0282 00	чистый (ч.) ОКП 26 2225 0281 01
1. Массовая доля 7-водного сернокислого цинка ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$), %, не менее	99,5	99,5	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005	0,010
3. Массовая доля аммонийных солей (NH_4), %, не более	0,001	Не нормируется	Не нормируется
4. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,0005	0,0010	0,0050
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0010	0,0050
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010	0,0010
7. Массовая доля натрия и кальция (Na + Ca), %, не более	0,010	0,015	0,060

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 2002

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2225 0283 10	чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2225 0282 00	чистый (ч.) ОКП 26 2225 0281 01
8. Массовая доля марганца (Mn), %, не более	0,0003	0,0010	Не нормируется
9. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00005	0,00010	0,00030
10. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005	0,0010	0,0050
11. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,001	0,002	0,005
12. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	4,4—6	4,4—6	4,4—6

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю мышьяка изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней пробы должна быть не менее 300 г.

3.2. Определение массовой доли 7-водного сернокислого цинка

Определение проводят по ГОСТ 10398. При этом около 0,4500 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 100 $см^3$ воды и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса 7-водного сернокислого цинка, соответствующая 1 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 М), составляет 0,014377 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 1 %.

Тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 4(5)—2—2(1) по НТД.

Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 $см^3$ воды и 0,5 $см^3$ раствора серной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом, выдерживают в течение 1 ч на водяной бане и фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 150 $см^3$ 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» — 1,5 мг;

для препарата «чистый для анализа» — 2,5 мг;

для препарата «чистый» — 5,0 мг.

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Определение массовой доли аммонийных солей

3.4.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись, не содержащая NH_4, раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517.

Реактив Несслера или Несслера-Винклера, готовят по ГОСТ 4517.

Раствор содержащий NH_4, готовят по ГОСТ 4212.

Пипетка 6(7)—2—5 по НТД.

Цилиндр 2(4)—50 по ГОСТ 1770.

3.4.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата «химически чистый» помещают в цилиндр, растворяют в 25 $см^3$ воды, прибавляют раствор гидроокиси натрия до растворения образующегося осадка, доводят объем раствора водой до 40 $см^3$ и прибавляют 1 $см^3$ реактива Несслера или Несслера-Винклера и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин желтая 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 NH_4 и тот же объем раствора гидроокиси натрия и 1 $см^3$ реактива Несслера или Несслера-Винклера.

3.5. Определение массовой доли нитратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2.

При этом 1,00 г препарата химически чистый и чистый для анализа или 0,50 г препарата чистый помещают в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 10 $см^3$ воды и далее определение проводят с применением индигокармина.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая 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» — 0,005 мг NO_3,

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг NO_3,

для препарата «чистый» — 0,025 мг NO_3,

1 $см^3$ раствора хлористого натрия, 1 $см^3$ раствора индигокармина и 12 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 30 $см^3$ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 $см^3$) или визуально-нефелометрическим (в объеме 40 $см^3$) методом.

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 примеси хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 50 см^3), растворяют в 20 см^3 воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом, прибавляя 10 см^3 раствора аммиака вместо 5 см^3.

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» — 0,010 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли примеси железа определение заканчивают фотометрически.

3.4.1—3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.8. Определение массовой доли натрия и кальция

3.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Пламенный фотометр, а также спектрофотометры на основе спектрографа ИСП-51 с фотоэлектрической приставкой типа ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Горелка.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Распылитель.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 4(5)—2—2 по НТД.

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

Растворы, содержащие натрий и кальций, готовят по ГОСТ 4212.

Соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие по 0,1 мг/см^3 натрия и кальция, — раствор А.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.2. *Подготовка к анализу*

3.8.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

1,00 г препарата растворяют в воде, переносят количественно в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см^3	Масса натрия и кальция в 100 см3 раствора сравнения, мг		Массовая доля кальция и натрия в растворе сравнения, в пересчете на препарат, %	
		Na	Ca	Na	Ca
1	0,5	0,05	0,05	0,005	0,005
2	1,0	0,1	0,1	0,01	0,01
3	3,0	0,3	0,3	0,03	0,03
4	5,0	0,5	0,5	0,05	0,05
5	7,0	0,7	0,7	0,07	0,07

3.8.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В пять мерных колб помещают по 20 см^3 воды и указанные в табл. 2 объемы раствора А.

Объем каждого раствора доводят водой до 100 см^3 и тщательно перемешивают.

3.8.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитическую линию кальция — 422,7 нм, натрия — 589,0—589,6 нм.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации

проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания содержания примесей.

Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей, и вычисляют среднее арифметического значение интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого определения распыляют воду.

3.8.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значение интенсивности излучения, на оси абсцисс — массовую долю натрия и кальция в расчете на препарат. Массовую долю каждой примеси находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если суммарная массовая доля примесей не будет превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли марганца

3.9.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.3.

Смесь кислот, готовят следующим образом: к 840 см^3 дистиллированной воды добавляют при перемешивании 100 см^3 азотной кислоты и 70 см^3 ортофосфорной кислоты; смесь осторожно кипятят в течение 10 мин и охлаждают.

Раствор, содержащий Mn, готовят по ГОСТ 4212.

Колба Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 4(5)—2—1(2) по НТД.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770.

3.9.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата помещают в колбу, растворяют в 10 см^3 воды, прибавляют 15 см^3 смеси кислот, 0,1 см^3 раствора азотнокислого серебра, 1 г надсернокислого аммония, перемешивают, нагревают на водяной бане при 80—90 °С в течение 10 мин и охлаждают.

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

для препарата «химически чистый» — 0,003 мг Mn,

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг Mn,

15 см^3 смеси кислот, 0,1 см^3 раствора азотнокислого серебра, 1 г надсернокислого аммония.

3.10. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485.

При этом 1,50 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 30 см^3 воды и далее определение проводят визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой и солянокислой среде.

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

для препарата «химически чистый» — 0,00075 мг As,

для препарата «чистый для анализа» — 0,00150 мг As,

для препарата «чистый» — 0,00450 мг As

и те же количества реактивов.

При разногласиях в оценке массовой доли примеси мышьяка определение проводят в сернокислой среде.

3.11. Определение массовой доли свинца и меди

Определение проводят по ГОСТ 21979. При этом 10,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 50 см^3 и перемешивают.

10 $см^3$ раствора (соответствуют 2 г препарата) переносят в полярографическую ячейку и далее определение проводят методом добавок без прибавления раствора аскорбиновой кислоты. В качестве добавок вводят 0,1, 0,2 и 0,5 $см^3$ раствора концентрации Pb^{+2} 0,2 мг/$см^3$ и 0,1, 0,2 и 1,0 $см^3$ раствора концентрации Cu^{+2} 0,1 мг/$см^3$.

3.12. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу (Ки-1(2)—250—34 по ГОСТ 25336) с меткой на 100 $см^3$, растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), доводят этой же водой объем раствора до метки, перемешивают и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с допускаемой основной погрешностью ± 0,05 pH.

3.9.1—3.12. **(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.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII (не более 10 кг).

(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 7-водного сернокислого цинка требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — 1 год со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 7-водный сернокислый цинк обладает раздражающим действием на кожные покровы и слизистые оболочки.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки) , а также соблюдать правила личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

6.4. При проведении анализа препарата с использованием горючих газов следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.11.77 № 2742

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4174—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1277—75	3.9.1
ГОСТ 1770—74	3.3.1, 3.4.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4204—77	3.3.1
ГОСТ 4212—76	3.4.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 4461—77	3.9.1
ГОСТ 4517—87	3.4.1, 3.12
ГОСТ 5457—75	3.8.1
ГОСТ 6552—80	3.9.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.4.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 10485—75	3.10
ГОСТ 10555—75	3.7
ГОСТ 10671.2—74	3.5
ГОСТ 10671.7—74	3.6
ГОСТ 20478—75	3.9.1
ГОСТ 21979—76	3.11
ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.9.1, 3.12
ГОСТ 25794.3—83	3.9.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ИЗДАНИЕ (октябрь 2002 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1988 г. (ИУС 6—88)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 14.11.2002. Подписано в печать 06.12.2002. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,80.
Тираж 109 экз. С 8771. Зак. 1082.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru