

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

МЕДЬ ДВУХЛОРИСТАЯ 2-ВОДНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4167—74

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.562'13-41(083.74) Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

МЕДЬ ДВУХЛОРИСТАЯ 2-ВОДНАЯ

Технические условия

Reagents.
Cupric chloride
2-aqueous. Specifications

ГОСТ 4167—74*

Взамен
ГОСТ 4167—61

ОКП 26 2224 0110 02

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 января 1974 г. № 247 срок действия установлен с 01.01.75

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.08.84 № 2847 срок действия продлен до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на медь двухлористую 2-водную, представляющую собой зеленовато-голубые кристаллы, растворимые в воде, метиловом, этиловом, н-бутиловом и н-пропиловом спиртах.

Формула $CuCl_2 \cdot 2H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам, 1969 г.). — 170,48.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для первой категории качества.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Медь двухлористая 2-водная должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям медь двухлористая 2-водная должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (январь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1979 г. (ИУС 9—79).*

© Издательство стандартов, 1988

Таблица 1

Наименования показателей	Нормы	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2224 0112 00	Чистый (ч.) ОКП 26 2224 0111 01
1. Медь двухлористая 2-водная ($CuCl_2 \cdot 2H_2O$), %, не менее	99,0	98,5
2. Нерастворимые в воде вещества, %, не более	0,01	0,02
3. Азот (N) — общий из нитратов, нитритов, аммиака, %, не более	0,005	0,010
4. Сульфаты (SO_4), %, не более	0,003	0,010
5. Железо (Fe), %, не более	0,002	0,005
6. Свинец (Pb), %, не более	0,002	Не нормируется
7. Никель (Ni), %, не более	0,002	Не нормируется
8. Мышьяк (As), %, не более	0,00005	0,00020
9. Калий натрий и кальций (K+Na+Ca), %, не более	0,03	0,10
10. pH 5%-ного раствора препарата	3,0—4,0	3,0—4,0

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней отобранной пробы не должна быть менее 150 г.

3.2. Определение массовой доли меди двухлористой 2-водной.

3.2.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч.;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор;

натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75, 0,1 н раствор.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,45 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 40 $см^3$ воды. Раствор подкисляют 5 $см^3$ уксусной кислоты, прибавляют 3 г йодистого калия, растворенного в небольшом количестве воды, смесь тщательно перемешивают и вы-

делившийся йод титруют раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлорной меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01705 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см³;

m — навеска препарата, г;

0,01705 — количество меди двухлористой 2-водной, соответствующее 1 см³ точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, г.

Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,3 абс. %.

3.3. Определение содержания нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Применяемые реактивы, растворы и приборы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25%-ный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, н. раствор;

тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82, 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 250 см³ и растворяют при нагревании в 150 см³ воды. Раствор подкисляют 1 см³ раствора соляной кислоты и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на ион Cl (проба с раствором азотнокислого серебра) и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 2 мг,

для препарата чистый — 4 мг.

3.4. Определение содержания азота общего из нитратов, нитритов, аммиака проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в круглодонную колбу, растворяют в воде и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом, прибавляя 6 см³ раствора гидроокиси натрия вместо 5 см³.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание азота не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке общего содержания азота анализ проводят фотометрическим методом.

3.5. Определение содержания сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74 визуально-нефелометрическим (способ 1) или фототурбидиметрическим.

При этом 2,8 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в конической колбе вместимостью 150 см³, (с меткой на 100 см³) в 30—40 см³ воды. Раствор нагревают до кипения, сразу же прибавляют при перемешивании 20 см³, 10%-ного раствора углекислого натрия (ГОСТ 83—79) (реакция должна быть щелочной по лакмусовой бумажке) и оставляют в покое на 1 ч. После охлаждения объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через плотный беззольный фильтр, трижды промытый горячим 1%-ным раствором безводного углекислого натрия. К фильтрату прибавляют 2—3 капли раствора *п*-нитрофенола и нейтрализуют раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора.

25 см³ полученного раствора (соответствует 0,7 г препарата) помещают в колориметрический стаканчик, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора крахмала, 3 см³ раствора хлористого бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на темном фоне через 30 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг SO_4,

для препарата чистый — 0,070 мг SO_4,

1 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора крахмала и 3 см³ раствора хлористого бария.

При необходимости в результат вносят поправку на содержание сульфатов в применяемых реактивах, определяемую контрольным опытом.

При разногласиях в оценке содержания сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.6. Определение содержания железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом (для окрашенных растворов). При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 20 см³ воды и 1 см³ раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461—77, х.ч., 25%-ный раствор). Рас-

твор кипятят 1 мин, прибавляют 2 г хлористого аммония (ГОСТ 3773—72 х. ч.) и по каплям, при перемешивании, около 7 см³ 10%-ного раствора аммиака — до растворения образовавшегося осадка основной углекислой меди. Затем раствор снова нагревают до кипения и выдерживают 30 мин. Охлажденный раствор фильтруют через маленький беззольный фильтр. Фильтр промывают промывной жидкостью до исчезновения синей окраски на фильтре, а затем несколько раз горячей водой. Промывание воды отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют в 1 см³ горячего раствора соляной кислоты, прибавляемой по каплям, и промывают фильтр 20 см³ воды. Фильтрат и промывные воды помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ с меткой на 50 см³, прибавляют 2 см³ сульфосалициловой кислоты и перемешивают. Затем прибавляют 5 см³ 25%-ного раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают, и через 10 мин фотометрируют.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При необходимости в результат вносят поправку на содержание железа в применяемых количествах хлористого аммония, азотной кислоты и аммиака, определяемую контрольным опытом.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке содержания железа анализ заканчивают фотометрически.

3.4—3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.7. Определение массовой доли никеля и свинца

3.7.1. *Применяемые приборы, реактивы и растворы:*

спектрограф кварцевый ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

генератор дуги переменного тока типа ДГ-2;

выпрямитель кремневый ВАЗ 230×70;

микрофотометр типа МФ-2;

спектропроектор ПС-18;

угли графитированные для спектрального анализа ос. ч. 7—3 (электроды угольные); верхний электрод диаметром 6 мм, заточенный на конус, нижний электрод диаметром 6 мм с цилиндрическим каналом диаметром 4 мм и глубиной 8 мм; электроды перед съемкой предварительно обжигают в течение 30 с при силе тока 10 А;

фотопластинки спектральные, тип II, чувствительностью 15 отн. ед;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная;

гидрохинон (парадиоксиазобензол) по ГОСТ 19627—74;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74;

метол (пара-метиламинофенолсульфат);

натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 429—76;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 или

натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76;

растворы, содержащие Pb и Ni 1 мг/см^3, готовят по ГОСТ 4212—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 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор Б — 16 г безводного углекислого натрия (или 40 г кристаллического углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, 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 водой до 2 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.2. *Подготовка анализируемой пробы*

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в бюксу вместимостью 25 см^3 и растворяют в 1 см^3 воды, тщательно перемешивая. Затем микропипеткой вносят 0,08 см^3, раствора в два приема в угольный электрод, после чего высушивают электрод досуха под инфракрасной лампой.

3.7.3. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления каждого раствора сравнения в три бюксы вместимостью 25 см^3 помещают по 1 г препарата, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, и указанные в табл. 2 количества растворов Pb и Ni, объемы растворов доводят водой до 1 см^3 и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номера растворов сравнения	Количество применяемых растворов, содержащих примеси, см³			Массовая доля примесей в препарате, %	
	Pb	Ni	H_2O	Pb	Ni
1	0,01	0,01	0,98	0,001	0,001
2	0,05	0,05	0,90	0,005	0,005
3	0,1	0,1	0,80	0,01	0,01

Из каждого раствора сравнения вносят микропипеткой в угольные электроды по 0,08 см³ в два приема, после этого высушивают электроды досуха под инфракрасной лампой.

3.7.4. Рекомендуемые условия съемки:

сила тока, А — 10;

ширина щели, мм — 0,015;

высота промежуточной диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм — 5;

экспозиция, с — 45.

3.7.5. *Проведение анализа*

Анализ проводят в дуге постоянного тока. Электрод с анализируемой пробой или раствором сравнения используют в качестве анода. На одной фотопластинке в одинаковых условиях снимают по три раза спектры анализируемой пробы и растворов сравнения. Щель открывают до зажигания дуги.

3.7.6. *Обработка спектрограммы и результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе.

Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой:

Pb — 283,31 нм;

Ni — 305,08 нм.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS: $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$,

где $S_{л+ф}$ — почернение линии+фона;

$S_ф$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение ($\Delta S'$). Перевод почернений в интенсивности осуществляют по характеристической кривой. Градуировочные графики строят в координатах $\lg I_л - \lg C$ и методом добавок находят примеси в анализируемой пробе.

Отсутствие почернений линий примеси в анализируемом образце свидетельствует о том, что содержание примеси меньше нормируемого.

3.8. Определение содержания мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75 (по способу 2). При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100—150 $см^3$, прибавляют 40 $см^3$ воды и 1 $см^3$ раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461—77), нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин.

К горячему раствору прибавляют 2 $см^3$ 1%-ного раствора железоаммонийных квасцов (ГОСТ 4205—77) и, при перемешивании 25%-ный раствор аммиака (ГОСТ 3760—79) до полного растворения выпавшего осадка основной соли меди и, дополнительно, 2 $см^3$ избытка раствора аммиака. Раствор нагревают до кипения и выдерживают 20—30 мин на кипящей водяной бане. Горячий раствор фильтруют через беззольный фильтр, стакан и осадок промывают 100 $см^3$ теплой воды, содержащей 2 $см^3$ раствора аммиака до полного удаления меди в промывных водах.

Фильтрат и промывные воды отбрасывают. Затем осадок на фильтре растворяют в 20 $см^3$ горячего раствора серной кислоты. Раствор переносят в колбу прибора для определения мышьяка.

Прибавляют 30 $см^3$ воды, 0,5 $см^3$ раствора двухлористого олова, перемешивают, быстро прибавляют 5 г цинка и сразу же закрывают колбу прибора пробкой с насадкой, осторожно перемешивают вращательным движением и оставляют в покое на 1,5 ч.

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

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг As,

для препарата чистый — 0,004 мг As,

20 $см^3$ раствора серной кислоты, 0,5 $см^3$ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

При необходимости в результат вносят поправку на содержание мышьяка в применяемых реактивах, определяемую контрольным опытом.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли калия, натрия и кальция

3.9.1. *Применяемые приборы, оборудование, растворы и реактивы:*

спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора) с фотоэлекрической приставкой

ФЭП-1, при определении натрия, калия возможно применение фильтрового фотометра (например, Цейсс, модель III);

фотоумножители ФЭУ-22; ФЭУ-38; ФЭУ-51;

воздух для питания пневматических приборов;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75;

пропан-бутан;

горелка;

распылитель;

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

раствор, содержащий натрий, калий и кальций; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий по 0,1 мг/см³ натрия, калия, и кальция — раствор А.

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

При работе с горючими газами следует строго руководствоваться инструкцией по технике безопасности.

3.9.2. *Приготовление анализируемых растворов*

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в воде, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

3.9.3. *Приготовление растворов сравнения*

В пять мерных колб вместимостью 100 см³ каждая вводят по 20 мл воды и указанные в табл. 3 количества раствора А.

Таблица 3

Номера растворов сравнения	Количество раствора А, см³	Содержание примесей в растворах сравнения, мг/100 см³			Массовая доля примесей в препарате, %		
		Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	0,5	0,05	0,05	0,05	0,005	0,005	0,005
2	1,0	0,10	0,10	0,10	0,010	0,010	0,010
3	2,0	0,20	0,20	0,20	0,020	0,020	0,020
4	3,0	0,30	0,30	0,30	0,030	0,030	0,030
5	4,0	0,40	0,40	0,40	0,040	0,040	0,040

Растворы перемешивают, доводят объем водой до метки и снова перемешивают.

3.9.4. *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 и Ca — 422,7 нм, возникаю-

щих в спектре пламени ацетилен — воздух, при введении в него растворов проб и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации, проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли примеси натрия, кальция и калия.

Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли примеси, и вычисляют среднее арифметическое значение показаний для каждого раствора.

После каждого замера распыляют воду.

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

Массовую долю натрия, калия и кальция в препарате находят по градуировочному графику.

3.10. Определение pH 5%-ного раствора препарата

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 200 см³ растворяют в 95 см³ 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-3п, Б-5п, Б-6.

Группа фасовки: III, IV, V. На этикетке должна быть надпись «Ядовит» и указан гарантийный срок хранения.

Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.2. Препарат хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях.

4.3. Транспортную тару маркируют по ГОСТ 14192—77.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие всей поставляемой хлорной меди требова-

ниям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения препарата, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения меди двухлористой 2-водной— три года со дня изготовления.

По истечении гарантийного срока хранения продукт перед применением должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Медь двухлористая 2-водная ядовита, при попадании внутрь организма вызывает отравления, на кожу и слизистые оболочки — профессиональные заболевания кожи.

6.2. При работе с медью двухлористой 2-водной, следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать меры личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма.

6.3. Помещения, в которых производятся работы с медью двухлористой 2-водной, должны быть оборудованы эффективной приточно-вытяжной вентиляцией. Испытания препарата в лаборатории проводят в вытяжном шкафу.

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Н. Ю. Банеевич*
Корректор *Л. В. Снищарчук*

Сдано в наб. 23.09.87 Подп. в печ. 19.01.88 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,71 уч.-изд. л.
Тираж 3000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 12 :40, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. А ндауго, 12/14. Зак. 4154.

gost.e-ecolog.ru