МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МЕДЬ (II) СЕРНОКИСЛАЯ 5-ВОДНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.56'226-41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

МЕДЬ (II) СЕРНОКИСЛАЯ 5-ВОДНАЯ

Технические условия

ГОСТ 4165—78

Reagents. Copper (II) sulphate pentahydrate. Specifications

ОКП 26 2224 0330 03

Дата введения 01.01.79

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. № 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	Не нормируется
7. Массовая доля неосаждаемых сероводородом веществ в виде сульфатов, %, не более	0,05	0,10	0,20
8. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,002	Не нормируется	

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2001

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. № 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. № 2, 3).

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

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

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,1 см^3.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные вместимостью 2,5 и 10 см^3.

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 ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.2. *Проведение анализа*

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

(Измененная редакция, Изм. № 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 серноватистокислого натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески, г;

0,02497 — масса 5-водной сернокислой меди (II), соответствующая 1 см^3 раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм^3, 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 допускаемого расхождения, равного 0,3 %.

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

(Измененная редакция, Изм. № 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^3 воды, предварительно нагретой до 60 °С и подкисленной 1 см^3 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^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 мг,

для препарата чистый для анализа — 2 мг,

для препарата чистый — 4 мг.

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

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 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^3 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^3 раствора гидроокиси натрия и 1 см^3 раствора реактива Несслера или Несслера — Винклера.

(Измененная редакция, Изм. № 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^3, растворяют в 50 см^3 воды, прибавляют 10 см^3 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^3 полученного раствора (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до 39 см^3 и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом в объеме 40 см^3, 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^3 раствора 5-водной сернокислой 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^3 раствора азотнокислого серебра.

Раствор 5-водной сернокислой меди (II), не содержащий хлоридов, готовят следующим образом: 5,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 воды, прибавляют 10 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, 5 см^3 раствора азотнокис-

лого 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. № 1, 2).

3.6. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³ и далее определение проводят сульфосалициловым методом с предварительным отделением железа раствором аммиака в присутствии хлористого аммония, растворяя осадок на фильтре 3 см³ раствора соляной кислоты вместо 2 см³. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Для анализа берут 25 см³ полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) для препарата химически чистый и чистый для анализа и 12,5 см³ (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 см³, растворяют в 40 см³ воды, прибавляют 1 см³ концентрированной азотной кислоты (ГОСТ 4461), нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. К горячему раствору прибавляют 2 см³ 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 см³ 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 см³ горячей воды, содержащей 2 см³ раствора аммиака, до исчезновения синей окраски на фильтре, отбрасывая фильтрат и промывные воды.

Осадок на фильтре растворяют 20 см³ горячего раствора серной кислоты.

4 см³ полученного раствора (соответствуют 0,10 г препарата) помещают в колбу прибора для определения мышьяка и далее определение проводят визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде, прибавляя 16 см³ серной кислоты вместо 20 см³.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме 0,0005 мг As, 20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора 2-водного двухлористого олова и 5 г цинка.

3.6, 3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 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 см³.

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 см³) и растворяют в 140 см³ воды. К раствору

прибавляют 10 см³ 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 см³ 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 прокаливания 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 ±15 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.8.1, 3.8.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.9. Определение массовой доли никеля

3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Пипетка градуированная вместимостью 5 или 10 см³.

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/см³ 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. № 2, 3).

3.9.2. *Проведение анализа*

К остатку, полученному по п. 3.8, прибавляют 4 см³ смеси кислот и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и 19 см³ воды и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента».

2 см³ полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в пробирку из бесцветного стекла, прибавляют при перемешивании 2 см³ раствора двузамещенного лимоннокислого аммония, 1 см³ дистиллированной воды, 1 см³ бромной воды, 7 см³ раствора аммиака и 3 см³ 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 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора двузамещенного лимоннокислого аммония, 1 см³ бромной воды, 7 см³ раствора аммиака и 3 см³ раствора диметилглиоксима.

(Измененная редакция, Изм. № 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.

(Измененная редакция, Изм. № 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. № 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^3 (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. № 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. № 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) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) %, 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 $см^3$ воды и разбавляют до 100 $см^3$.

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 $см^3$ воды.

К этому раствору прибавляют 5 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 20 % и 3 г йодида калия. Титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия молярной концентрации точно c ($Na_2S_2O_3$) = = 0,1 моль/$дм^3$, добавляя к концу титрования раствор крахмала.

Раствор крахмала готовят следующим образом: из 1,0 г растворимого крахмала и 5 $см^3$ воды приготавливают пасту, вносят эту пасту, перемешивая, в 100 $см^3$ 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 $см^3$ раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации точно c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ соответствует 0,02497 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

Р.9.3.2. *Определение массовой доли хлоридов*

10 $см^3$ анализируемого раствора (Р.9.2) разбавляют до 20 $см^3$ водой и анализируют в соответствии с ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 $см^3$ хлоридного раствора сравнения II (1 $см^3$ = 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 $см^3$ и перемешивают.

Р.9.3.3. *Определение массовой доли общего азота*

10 $см^3$ анализируемого раствора (Р.9.2) анализируют в соответствии с ОМ 6*.

Готовят контрольный раствор, используя 3 $см^3$ азотсодержащего раствора сравнения II (3 $см^3$ = 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 $NaNO_3$ растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.9.3.4. *Определение массовой доли железа*

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

Экстрагируют железо из органической фазы 20 $см^3$ воды. Отделяют водную фазу и анализируют в соответствии с ОМ 8.1*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 $см^3$ железосодержащего раствора сравнения II (5 $см^3$ = = 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 $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ добавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ 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:

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 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 $см^3$ 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 $см^3$ в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 $см^3$ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 %, 2 $см^3$ реактива Несслера и разбавляют до объема 100 $см^3$.

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.

---

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

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. № 3).**

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 № 530**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4165—68**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	6.1	ГОСТ 9147—80	3.8.1
ГОСТ 61—75	3.2.1	ГОСТ 10163—76	3.2.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1; 3.3.1; 3.8.1; 3.9.1	ГОСТ 10485—75	3.7
ГОСТ 3118—77	3.9.1	ГОСТ 10555—75	3.6; приложение 2
ГОСТ 3760—79	3.9.1	ГОСТ 10671.4—74	3.4
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1	ГОСТ 10671.7—74	3.5
ГОСТ 4109—79	3.9.1	ГОСТ 18300—87	3.9.1
ГОСТ 4204—77	3.3.1; 3.8.1	ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 4212—76	3.9.1	ГОСТ 19908—90	3.8.1
ГОСТ 4232—74	3.2.1	ГОСТ 25336—82	3.2.1; 3.3.1; 3.4;
ГОСТ 4461—77	3.7; 3.9.1		3.8.1; 3.9.1
ГОСТ 4517—87	3.8.1; 3.9.1	ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
ГОСТ 5828—77	3.9.1	ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 6709—72	3.2.1; 3.3.1; 3.8.1; 3.9.1	ГОСТ 27068—86	3.2.1

5. **Снято ограничение срока действия Постановлением Госстандарта от 24.09.92 № 1264**

6. **ИЗДАНИЕ (октябрь 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г., сентябре 1992 г. (ИУС 5—83, 6—88, 12—92)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *О.В. Арсеевой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 11.10.2001. Подписано в печать 01.11.2001. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,10. Тираж 160 экз. С 2447. Зак. 1033.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru