МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КУПОРОС МЕДНЫЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

ВНЕСЕН Госстандартом Российской Федерации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 16 от 8 октября 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 марта 2000 г. № 86-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19347—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2001 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 19347—84

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2008 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© Стандартинформ, 2008

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КУПОРОС МЕДНЫЙ

Технические условия

Blue vitriol. Specifications

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на медный купорос, предназначенный для сельского хозяйства, промышленности (при производстве искусственных волокон, органических красителей, минеральных красок, мышьяковистых химикатов, для обогащения руды при флотации), розничной торговли и экспорта.

Медный купорос гигроскопичен.

Формула: $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 249,68.

Обязательные требования к качеству продукции, обеспечивающие ее безопасность для жизни, здоровья и имущества населения, охрану окружающей среды, изложены в таблице 1 и 3.6.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.326—89* Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическая аттестация средств измерений

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.028—76 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 15.009—91 Система разработки и постановки продукции на производство. Непродовольственные товары народного потребления

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 84—76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 342—77 Реактивы. Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2001 Медь. Марки

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

* На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.009—94.

Издание официальное

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 1973—77 Ангидрид мышьяковистый. Технические условия

ГОСТ 2156—76 Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83) Мешки бумажные. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 5789—78 Толуол. Технические условия

ГОСТ 5841—74 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 5868—78 Калий щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 5959—80 Ящики из листовых древесных материалов неразборные для грузов массой до 200 кг. Общие технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7933—89 Картон для потребительской тары. Общие технические условия

ГОСТ 8777—80 Бочки деревянные заливные и сухотарные. Технические условия

ГОСТ 9078—84 Поддоны плоские. Общие технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9338—80 Барабаны фанерные. Технические условия

ГОСТ 9557—87 Поддон плоский деревянный размером 80 × 1200 мм. Технические условия

ГОСТ 9570—84 Поддоны ящичные и стоечные. Общие технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 11002—80 Ящики деревянные проволокоармированные. Общие технические условия

ГОСТ 13841—95 Ящики из гофрированного картона для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 14189—81 Пестициды. Правила приемки, методы отбора проб, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17065—94 Барабаны картонные навивные. Технические условия

ГОСТ 17811—78 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 18251—87 Лента клеевая на бумажной основе. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18321—73 Статистический контроль качества. Методы случайного отбора выборок штучной продукции

ГОСТ 18573—86 Ящики деревянные для продукции химической промышленности. Технические условия

ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24597—81 Пакеты тарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

ГОСТ 26381—84 Поддоны плоские одноразового использования. Общие технические условия

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения ртути

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 835-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30302—95/ГОСТ Р 50610—93 Контейнеры специализированные. Типы, основные параметры и размеры

3 Технические требования

3.1 Медный купорос должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции, утвержденной в установленном порядке.

Для розничной торговли медный купорос по внешнему виду должен соответствовать образцу-эталону, утвержденному в соответствии с ГОСТ 15.009.

3.2 Медный купорос должен изготовляться двух марок: А и Б.

Коды ОКП медного купороса приведены в приложении А.

3.3 По физико-химическим показателям медный купорос должен соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Наименование показателя	Норма для марки				
	А		Б		
	Высший сорт	Первый сорт	Высший сорт	Первый сорт	Второй сорт
1 Массовая доля медного купороса:					
в пересчете $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, не менее	99,1	98,0	98,1	96,0	93,1
в пересчете на медь, не менее	25,22	24,94	24,97	24,43	23,67
2 Массовая доля железа, не более	0,02	0,04	0,04	0,05	0,10
3 Массовая доля свободной серной кислоты, не более	0,20	0,25	0,20	0,25	0,25
4 Массовая доля нерастворимого в воде остатка, не более	0,03	0,05	0,05	0,05	0,10
5 Массовая доля мышьяка, не более	0,002	0,012	0,012	0,012	0,028

Примечания

1 Для сельского хозяйства и в розничную торговлю поставляют медный купорос марок А и Б высшего и первого сортов.

2 В медном купоросе марки А высшего сорта, предназначенном для экспорта, массовая доля кальция должна быть не более 0,006 %, массовая доля магния — не более 0,005 %.

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

3.4 Медный купорос марки А высшего и первого сортов и марки Б высшего сорта, используемый в животноводстве, должен содержать свинца не более 0,01 %, кадмия не более 0,001 %, никеля не более 0,005 %, сурьмы не более 0,005 %, ртути не более 0,0001 %, цинка не более 0,01 %, массовые доли которых гарантируются технологией и определяются по требованию потребителя.

3.5 Не допускается наличие в медном купоросе посторонних включений (куски дерева, металла и пр.).

3.6 Упаковка

3.6.1 Упаковка медного купороса должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

3.6.2 Медный купорос для промышленности упаковывают в деревянные бочки вместимостью 50— 120 дм^3 по ГОСТ 8777, фанерные барабаны ФБ2-22А и ФБ5-22В по ГОСТ 9338, деревянные ящики типа П-1 и П-2 по ГОСТ 11002 массой 50 или 100 кг или фанерные ящики III и IV по ГОСТ 5959 массой 35 кг с вкладышами из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354, двойные мешки (внутренний — полиэтиленовый по ГОСТ 17811, наружный — тканевый мешок или непропитанные многослойные бумажные мешки типа НМ по ГОСТ 2226) или ламинированные мешки типа ПМ по ГОСТ 2226, или полиэтиленовые двойные или одинарные мешки М 8,9 (10) — 0,220 по ГОСТ 17811, в полипропиленовые тканые мешки с вкладышами из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354 для груза массой не более 50 кг. Отклонение от установленной массы ±1 %, но не более чем 2 кг.

Допускается по согласованию с потребителем упаковывать медный купорос в специализированные металлические контейнеры типа СК-2-3,2(5) по ГОСТ 30302/ГОСТ Р 50610 с полиэтиленовыми вкладышами, изготовленными по ГОСТ 19360.

3.6.3 Медный купорос, предназначенный для сельского хозяйства, упаковывают в соответствии с ГОСТ 14189. Группа фасовки III. Продукт упаковывают в двойные или одинарные мешки М89(10) — 0,220 по ГОСТ 17811, вложенные в непропитанные многослойные бумажные мешки по ГОСТ 2226 или ламинированные мешки типа ПМ по ГОСТ 2226, или мешки по ГОСТ 14189.

3.6.4 Медный купорос, предназначенный для розничной торговли, упаковывают в двойные или одинарные пакеты из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354 или, по согласованию с потребителями, полиэтиленовые банки вместимостью 500—2000 см^3 по нормативной документации, или в коробки из картона Б по ГОСТ 7933 с внутренним водонепроницаемым пакетом из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354. Толщина пленки для двойных пакетов — не менее 0,040 мм, для одинарных — не менее 0,070 мм. Пакеты укладывают в непропитанные многослойные бумажные мешки типа НМ или ламинированные мешки типа ПМ по ГОСТ 2226, или полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811, или ящики из гофрированного картона (номер ящика 55 или 56) по ГОСТ 13841, или картонные навивные барабаны типа III вместимостью 28 дм^3 по ГОСТ 17065, или в двойные или одинарные полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811. Банки укладывают в фанерные ящики по ГОСТ 18573.

Масса нетто пакета 0,1—3,0 кг, транспортной тары — 15 кг. Предельное отклонение от установленной массы нетто не должно превышать ±3 %.

3.6.5 Мешки и пакеты из полиэтиленовой пленки с медным купоросом должны быть заварены. Допускается совместная прошивка бумажного мешка с полиэтиленовым вкладышем. Бумажные мешки должны быть прошиты машинным способом или заклеены бумажной лентой по ГОСТ 18251.

Картонные ящики должны быть оклеены.

3.6.6 Продукт, предназначенный для экспорта, упаковывают, маркируют и транспортируют в соответствии с контрактом. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

3.6.7 Маркировка потребительской тары для медного купороса, предназначенного для промышленности и сельского хозяйства, должна наноситься непосредственно на тару по трафарету, на ярлык печатным, машинным или другим способом, обеспечивающим разборчивость текста.

Ярлык должен быть прочно приклеен или запаян.

При упаковывании медного купороса в двойные полиэтиленовые мешки ярлык вкладывают между слоями полиэтиленовой пленки.

Маркировка должна содержать:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование и марку продукта;
- массу нетто;
- знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153);
- номер партии;
- дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта;

- манипуляционный знак «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192;
- предупредительную полосу с указанием группы пестицидов по ГОСТ 14189 (фунгицид).

3.6.8 Маркировка потребительской тары для купороса, предназначенного для розничной торговли, должна содержать:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование и назначение продукта (фунгицид);
- массу нетто;
- обозначение настоящего стандарта;
- краткую инструкцию по применению;
- дату изготовления;
- марку продукта.

Маркировка должна быть четкой и красочно оформленной.

На полиэтиленовые пакеты маркировка наносится типографским способом или вкладывается ярлык между слоями полиэтилена.

При нанесении маркировки непосредственно на полиэтиленовую пленку методом печати или флексографии дату изготовления и марку продукта не указывают.

3.6.9 На мешки, коробки, ящики, барабаны, в которые упакован купорос, предназначенный для розничной торговли, наносят маркировку, содержащую следующие данные:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта;
- назначение (фунгицид);
- массу нетто;
- номер партии;
- дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта;
- манипуляционный знак «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192;
- количество упаковочных единиц;
- знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153, черт. 6б).

Способ нанесения маркировки — в соответствии с 3.6.10.

3.6.10 Транспортная маркировка медного купороса — по ГОСТ 14192 и ГОСТ 14189 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги».

На специализированные контейнеры манипуляционный знак «Беречь от влаги» не наносится.

Кроме того, на транспортную тару наносят следующие данные:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта, марку;
- дату изготовления;
- номер партии;
- предупредительную полосу группы пестицидов по ГОСТ 14189;
- назначение продукта (фунгицид);
- обозначение настоящего стандарта;
- гарантийный срок хранения.

На полиэтиленовые мешки маркировку наносят печатным способом либо приваривают полиэтиленовую этикетку с маркировкой. Допускается наносить на полиэтиленовый мешок номер партии и дату изготовления горячим тиснением.

На бумажные мешки, барабаны, ящики наклеивают ярлык или наносят маркировку печатным способом.

При упаковке медного купороса в двойные полиэтиленовые мешки ярлык вкладывают между слоями полиэтиленовой пленки.

4 Требования безопасности

4.1 Медный купорос относится к веществам 2-го класса опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

4.2 Попадая в организм человека, медный купорос вызывает желудочно-кишечные расстройства.

4.3 Предельно допустимая концентрация пыли медного купороса в пересчете на медь в воздухе рабочей зоны — 0,5 мг/м^3.

4.4 Общие требования к методам контроля состояния воздуха рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005.

4.5 Медный купорос негорюч, пожаровзрывобезопасен.

4.6 Производственные помещения и лаборатории, в которых проводится работа с медным купоросом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей состояние воздушной среды в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

4.7 Электроприборы и электроустановки в производственных помещениях и лабораториях должны соответствовать ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.2.007.0 и правилам технической эксплуатации и техники безопасности, утвержденным в установленном порядке.

4.8 Работающие с медным купоросом должны быть обеспечены санитарно-бытовыми помещениями в соответствии с нормами по группе 3а производственных процессов, специальной одеждой, специальной обувью и индивидуальными средствами защиты рук и ног по ГОСТ 12.4.103 по нормам, утвержденным в установленном порядке.

В целях коллективной защиты должна быть предусмотрена герметизация оборудования.

Для защиты органов дыхания должны применяться респиратор типа «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028 или ватно-марлевая повязка, изготовленная по нормативной документации.

5 Правила приемки

5.1 Медный купорос принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по показателям качества, упакованный в тару одного типа и одинаковой вместимости и оформленный одним документом о качестве. Масса партии должна быть не более грузоподъемности одного вагона.

При транспортировании морским транспортом масса партии определяется контрактом.

Документ должен содержать:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование, марку и сорт продукта;
- номер партии и дату изготовления;
- массу нетто;
- результаты проведенных анализов;
- обозначение настоящего стандарта.

5.2 Для определения состояния упаковки, маркировки, измерения массы нетто, контроля качества продукта от партии отбирают случайную выборку по правилам ГОСТ 18321 (2.2).

Объем выборки в зависимости от размера партии указан в таблице 2.

Таблица 2

В штуках

Число упаковочных единиц в партии	Объем выборки
2 — 5	2
6 — 20	3
21 — 50	5
51 — 100	7
101 — 200	10
201 — 500	12
501 — 1000	20
Примечание — При числе упаковочных единиц более 1000 объем выборки — 2 %.	

При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

5.3 Для продукта, предназначенного для сельского хозяйства, правила приемки — по ГОСТ 14189.

5.4 Объем выборки медного купороса, предназначенного для розничной торговли, — 3 % упаковочных единиц, но не менее трех упаковочных единиц.

Из отобранных упаковочных единиц отбирают 3 % пакетов, но не менее одной упаковочной единицы. Если при проверке обнаруживают более 3 % пакетов, не соответствующих требованиям, предъявляемым к упаковке, маркировке, массе нетто и качеству продукта, всю партию бракуют.

5.5 Для проверки качества медного купороса, находящегося на потоке, отбирают пробу массой 2 — 4 кг от каждой тонны продукта.

5.6 Определение массовой доли мышьяка изготовитель проводит периодически не реже одного раза в месяц.

5.7 Определение массовой доли железа в медном купоросе, предназначенном для сельского хозяйства и розничной торговли, изготовитель проводит периодически один раз в месяц.

6 Методы анализа

6.1 Отбор проб

6.1.1 Точечные пробы медного купороса из упаковочных единиц отбирают щупом, погружая его на $^2/_3$ глубины по вертикальной оси или диагонали.

Масса точечной пробы должна быть не менее 200 г.

Точечные пробы от продукта, находящегося на потоке, отбирают с помощью совка или механического пробоотборника, изготовленного из материала, не реагирующего с медным купоросом.

6.1.2 Отобранные точечные пробы медного купороса соединяют в объединенную пробу, из которой квартованием получают представительную пробу для анализа массой не менее 0,5 кг.

Представительная проба для анализа должна отбираться быстро, во избежание изменения влажности продукта. Одну часть пробы передают для проведения анализа, другую хранят как контрольную. Срок хранения пробы — 2 мес.

6.1.3 Полученную представительную пробу помещают в полиэтиленовый мешок или чистую сухую стеклянную или из полимерных материалов банку с плотно закрывающейся крышкой. На мешок или банку наклеивают ярлык с указанием:

- наименования продукта;
- номера партии;
- даты отбора пробы;
- фамилии пробоотборщика или штампа с номером;
- регистрационного номера пробы;
- назначения пробы.

Допускается полиэтиленовый мешок с пробой помещать в бумажный пакет, непосредственно на который должны быть нанесены данные, указанные выше.

6.2 Общие требования к методам анализа

6.2.1 Общие требования к проведению анализа — по ГОСТ 27025.

6.2.2 Массовую долю основного компонента в медном купоросе определяют параллельно в трех навесках, массовую долю примесей — в двух навесках.

Одновременно с проведением анализа пробы медного купороса проводят два контрольных опыта для внесения в результат анализа поправки на загрязнение реактивов.

6.2.3 Применяемая нестандартизованная аппаратура должна быть аттестована по ГОСТ 8.326.

6.2.4 Титр растворов устанавливают не менее чем из трех навесок исходного вещества, рассчитывают до третьей значащей цифры и контролируют не реже одного раза в месяц.

6.2.5 Для приготовления стандартных растворов применяют металлы с массовой долей основного компонента не менее 99,95 %.

6.2.6 Контроль точности результатов анализа проводят периодически, не реже одного раза в квартал, и обязательно при замене средств измерений, материалов, реактивов, с использованием стандартных образцов или методом добавок.

6.2.7 Массовые доли регламентируемых примесей определяют по методикам, приведенным в данном стандарте.

Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

Допускается проведение анализов по другим методикам, аттестованным в установленном порядке.

При разногласиях в оценке анализ проводят методами, предложенными в настоящем стандарте.

6.3 Определение массовой доли медного купороса (от 90 % до 100 %) в пересчете на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

6.3.1 Сущность метода

Метод основан на реакции восстановления двухвалентной меди до одновалентной йодистым калием и титровании выделившегося йода раствором тиосульфата натрия.

Мешающее влияние железа устраняют добавлением в анализируемый раствор перед титрованием пирофосфорнокислого натрия, который образует с ионами железа бесцветный комплекс, не реагирующий с йодистым калием.

6.3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145 или часы песочные на 10(15) мин.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Мензурки 50 (100) по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 2-500 (1000)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-100(250)-19/26 (14/23) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-500(750, 1000)-29/32 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетка 1-2-50 по ГОСТ 29169.

Стекла покровные (часовые) по нормативному документу.

Цилиндр 1-10-2 и 1(3)-25-2 по ГОСТ 1770.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная водой в соотношении 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная водой в соотношении 1:1 и 1:2.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, водный раствор с массовой долей кислоты 80 % и разбавленная 1:3.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой концентрации 5 г/дм^3. Применяют свежеприготовленный раствор.

Натрий фосфорнокислый пиро по ГОСТ 342.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Медь марки М00к или М0б по ГОСТ 859.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий серноватистокислый 5-водный (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068; раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3; готовят следующим образом: 24,8 г тиосульфата натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 800 — 900 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной воды, растворяют при перемешивании, добавляют 0,03 — 0,05 г углекислого натрия, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 6— 7 сут определяют титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах меди, следующим образом: стружку металлической меди помещают в теплый раствор уксусной кислоты (1:3), затем промывают водой, этиловым спиртом и высушивают на воздухе. Отбирают три навески меди массой по 0,1000 — 0,2000 г и помещают их в стаканы вместимостью 250 см^3. Приливают по 10 см^3 азотной кислоты (1:1), накрывают стакан стеклом и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают его над стаканом водой и упаривают раствор до объема 2 — 3 см^3. Добавляют 5 см^3 серной кислоты (1:1) и выпаривают досуха. Приливают 40 см^3 воды, нагревают до растворения солей и охлаждают. Добавляют 3 г йодида калия и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до бледно-желтой окраски. Приливают 3 — 5 см^3 крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Титр раствора тиосульфата натрия T, выраженный в граммах меди, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \qquad (1)$$

где m — масса навески меди, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3.

Допускается приготовление раствора тиосульфата натрия из стандарт-титра.

6.3.3 Проведение анализа

Навеску медного купороса массой около 10,0000 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют воды до метки и перемешивают. Не растворившемуся в воде остатку дают полностью осесть, после чего отбирают аликвотную часть раствора 50 см^3 и помещают ее в коническую колбу вместимостью 250 — 500 см^3. Затем прибавляют 1 г пирофосфорнокислого натрия, 4 — 5 г йодистого калия, 10 см^3 раствора серной кислоты (1:2) или 10 см^3 раствора уксусной кислоты, перемешивают и оставляют на 10 — 15 мин в темном месте.

Затем титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия при постоянном перемешивании до светло-желтой окраски раствора. После этого добавляют 2 — 3 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Одновременно через весь ход анализа проводят два холостых опыта со всеми реактивами.

6.3.4 Обработка результатов

Массовую долю медного купороса (в пересчете на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$) X или (в пересчете на Cu) X_1, %, вычисляют по формулам

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 500 \cdot 100 \cdot 3{,}929}{m \cdot 50}; \quad (2)$$

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50}, \quad (3)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, $см^3$;

T — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах меди, $г/см^3$;

3,929 — коэффициент пересчета меди на медный купорос;

500 — вместимость мерной колбы, $см^3$;

m — масса навески медного купороса, г;

50 — объем аликвотной части раствора, взятый для анализа, $см^3$.

6.3.5 За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемого расхождения, равного 0,4 % (в пересчете на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$) и 0,1 % (в пересчете на медь).

Допускаемая суммарная абсолютная погрешность результата анализа ±0,6 % (в пересчете на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$) и ±0,15 % (в пересчете на медь) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

6.4 Определение массовой доли железа (от 0,01 % до 0,3 %)

6.4.1 Фотометрический метод

6.4.1.1 Сущность метода

Метод основан на реакции образования окрашенного комплекса железа (III) с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде.

6.4.1.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Стакан В-1-250 (400) ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-5-2 и 1(3)-50(250)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы 100(250, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Мензурки 50(100) по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-250(500)-14/23 ТХС (ТС) по ГОСТ 25336.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145 или часы песочные на 5, 15 (20) мин.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Пипетка 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.

Пипетки 1-2-1 и 1-2-5 по ГОСТ 29169.

Фильтр обеззоленный «белая лента».

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная водой в соотношении 1:90.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная водой в соотношении 1:1.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации 100 $г/дм^3$.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Железо по ГОСТ 9849, раствор с массовой концентрацией железа 0,1 $мг/см^3$; готовят следующим образом: 0,1000 г железа помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 30 —35 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1), нагревают до кипения и упаривают раствор до сухих солей.

Затем приливают 100 — 120 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), нагревают до растворения солей и охлаждают. Раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Допускается приготовление раствора по ГОСТ 4212.

Промывную жидкость готовят следующим образом: 1,000 г хлористого аммония помещают в коническую колбу вместимостью 250 — 300 см^3, приливают 1 см^3 аммиака, разбавляют водой до объема 100 см^3 и перемешивают.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.4.1.3 Построение градуировочного графика

В ряд мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают 0,5; 1; 2; 3 и 5 см^3 раствора с массовой концентрацией железа 0,1 г/см^3. После этого приливают по 20 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и аммиак до перехода окраски раствора в желтый цвет и еще 5 см^3. Затем разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 15 — 20 мин измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны (425±5) нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим длину волны, соответствующую максимуму светопропускания при 400 — 440 нм в кювете толщиной слоя раствора 20 мм. Раствором сравнения служит раствор холостого опыта со всеми реактивами.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам железа в миллиграммах строят градуировочный график.

6.4.1.4 Проведение анализа

Навеску медного купороса около 10,0000 г помещают в стакан (или коническую колбу) вместимостью 250 см^3, прибавляют 3,00 г хлористого аммония и растворяют в 100 см^3 воды. Затем добавляют 1 см^3 азотной кислоты, нагревают раствор и кипятят 5 — 7 мин, после чего раствор охлаждают до температуры 60 — 70 °С.

К охлажденному раствору приливают небольшими порциями аммиак до полного растворения выделившегося осадка основных солей меди и осаждения гидроксида железа, затем добавляют еще 5 см^3 аммиака. Стакан с раствором оставляют на (20±2) мин при температуре 40 — 50 °С до коагуляции осадка.

Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» и промывают фильтр с осадком 5 — 6 раз горячим раствором промывной жидкости (до обесцвечивания промывной воды и фильтра).

Осадок на фильтре растворяют в 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной (1:1), помещая фильтрат в стакан или колбы, где проводили осаждение гидроксида железа. Фильтр промывают 3 — 4 раза горячей водой. Затем к раствору добавляют 0,5 г хлористого аммония и вновь осаждают аммиаком железо в виде гидроксида. Осадок вновь фильтруют через фильтр «белая лента» и промывают фильтр с осадком 5 — 6 раз горячим раствором промывной жидкости (до обесцвечивания промывной воды и фильтра).

Осадок на фильтре растворяют в 20 — 25 см^3 раствора соляной кислоты (1:1). Фильтр промывают 3 — 4 раза горячей водой, присоединяя промывную воду к солянокислому раствору, и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отбирают пипеткой 1 или 5 см^3 (в зависимости от массовой доли железа) приготовленного раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 20 — 25 см^3 сульфосалициловой кислоты и, при непрерывном перемешивании, аммиак — до перехода окраски раствора в желтый цвет и еще 5 см^3. После этого объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Через 15 — 20 мин измеряют оптическую плотность раствора, как описано в 6.4.1.3.

Массу железа находят по градуировочному графику.

6.4.1.5 Обработка результатов

Массовую долю железа X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000}, \qquad (4)$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

100 — вместимость мерной колбы, см^3;

m — масса навески медного купороса, г;

V — объем аликвотной части раствора, взятого для анализа, см^3.

6.4.1.6 За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого значения, приведенного в таблице 3.

Таблица 3

В процентах

Массовая доля железа	Допускаемое расхождение
До 0,020 включ.	0,002
Св. 0,020 » 0,050 »	0,005
» 0,050 » 0,100 »	0,010
» 0,100 » 0,300 »	0,030

Допускаемая суммарная абсолютная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведена в таблице 4.

Таблица 4

В процентах

Массовая доля железа	Суммарная абсолютная погрешность
До 0,020 включ.	±0,003
Св. 0,020 » 0,050 »	±0,007
» 0,050 » 0,10 »	±0,015
» 0,10 » 0,30 »	±0,045

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят фотометрическим методом.

6.4.2 Атомно-абсорбционный метод

6.4.2.1 Сущность метода

Метод основан на измерении селективного поглощения железа при длине волны 248,3 нм при введении раствора в воздушно-ацетиленовое или пропан-бутановое пламя.

6.4.2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любого типа.

Лампа с полым катодом для определения железа.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки по ГОСТ 29227 и ГОСТ 29169.

Мензурка 50(100) по ГОСТ 1770.

Колбы 2-100 (250)-2 по ГОСТ 1770.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по нормативной документации.

Воздух, сжатый под давлением $2 \times 10^5 — 6 \times 10^5$ Па.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная водой в соотношении 1:1.

Железо по ГОСТ 9849, раствор массовой концентрации железа 0,1 мг/см^3; готовят по 6.4.1.2.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.4.2.3 Проведение анализа

Около 1,0000 г медного купороса помещают в мерную колбу вместимостью 100 — 250 см^3 (в зависимости от массовой доли железа), разбавляют водой или раствором серной кислоты (1:100) (при массовой доле свободной серной кислоты в медном купоросе 0,1 %) до метки и перемешивают.

Растворы сравнения готовят следующим образом: в ряд мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают 1, 5, 10 и 20 см^3 раствора железа, что соответствует 0,1; 0,5; 1,0 и 2,0 мг железа, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Распыляют анализируемый раствор, раствор контрольного опыта и растворы сравнения в пламени ацетилен-воздух (или пропан-бутан-воздух) и измеряют поглощение железа при длине волны 248,3 нм. Определение проводят методом ограничивающих растворов. Для этого последовательно фотометрируют растворы сравнения в порядке возрастания концентраций определяемого элемента и в промежутках — анализируемый раствор.

Массовую концентрацию железа (мг/см^3) находят по градуировочному графику.

6.4.2.4 Обработка результатов

Массовую долю железа X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C\,V}{m\,10}, \qquad (5)$$

где C — массовая концентрация железа, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

V — объем раствора в мерной колбе, см^3;

m — масса навески медного купороса, г.

6.5 Определение массовой доли свободной серной кислоты (от 0,05 % до 0,30 %)

6.5.1 Сущность метода

Метод основан на реакции нейтрализации анализируемого раствора, содержащего свободную серную кислоту, раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора.

6.5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Баня водяная.

Мензурки вместимостью 50(100) по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-250(500)-14/23 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-50(250)-2 по ГОСТ 1770.

Бюретки 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки по ГОСТ 29227.

Калий щавелевокислый по ГОСТ 5868, раствор молярной концентрации $c(K_2C_2O_4 \cdot H_2O)$ = = 0,9 моль/дм^3: навеску соли 166 г растворяют в 900 см^3 воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, добавляют 0,8 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации $c(^1/_2H_2SO_4)$ = = 1 моль/дм^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор должен быть нейтральным по феноловому красному или бромтимоловому синему.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Феноловый красный (индикатор) спиртоводный раствор: 0,1 г индикатора растворяют в 50 см^3 этилового спирта при слабом нагревании и доводят объем раствора водой до 100 см^3.

Бромтимоловый синий (индикатор), спиртоводный раствор: 0,1 г индикатора растворяют в 50 см^3 этилового спирта и доводят объем раствора водой до 100 см^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации $c(^1/_2H_2SO_4)$ = 1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.5.3 Проведение анализа

Около 2,0000 г медного купороса помещают в коническую колбу вместимостью 250 — 300 см^3, приливают 100 — 120 см^3 воды и растворяют навеску при перемешивании. Затем добавляют 30 см^3 (мензуркой или цилиндром) раствора щавелевокислого калия, 50 см^3 воды и 10 капель раствора фенолового красного или бромтимолового синего. Если раствор приобретает зеленую или сине-зеленую окраску, то в анализируемом растворе присутствует свободная серная кислота. В этом случае титруют анализируемый раствор раствором гидроксида натрия до перехода окраски в ярко-синюю.

В качестве раствора контрольного опыта используют 30 см^3 раствора щавелевокислого калия.

6.5.4 Обработка результатов

Массовую долю свободной серной кислоты X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0049 \cdot 100}{m}, \qquad (6)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

0,0049 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса навески медного купороса, г.

6.5.5 За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает значения, приведенного в таблице 5.

Таблица 5

В процентах

Массовая доля свободной серной кислоты	Допускаемое расхождение
До 0,10 включ.	0,010
Св. 0,10 » 0,30 »	0,020

Допускаемая суммарная абсолютная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведена в таблице 6.

Таблица 6

В процентах

Массовая доля свободной серной кислоты	Суммарная абсолютная погрешность
До 0,10 включ.	±0,015
Св. 0,10 » 0,30 »	±0,03

6.6 Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка (от 0,02 % до 0,25 %)

6.6.1 Сущность метода

Метод основан на определении массы нерастворимого в воде остатка гравиметрическим методом.

6.6.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Стаканы В-1-250(4000) по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:10.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Фильтры беззольные типа «белая лента».

Колбы Кн-2-250-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 600 °С.

Универсальная индикаторная бумага.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-140 по ГОСТ 25336, заполненный прокаленным хлористым кальцием по ГОСТ 450.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор массовой концентрации 20 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.6.3 Проведение анализа

Около 10,0000 г медного купороса помещают в стакан (или коническую колбу) вместимостью 250 см^3, приливают 100 — 120 см^3 воды и растворяют при перемешивании.

pH раствора должен быть не более 2 — 3 (по универсальной индикаторной бумаге). Если pH = 4 — 5, к раствору приливают 0,5 — 1,0 см^3 раствора серной кислоты (1:10).

Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» и промывают осадок горячей водой до исчезновения в промывной воде сульфат-иона (проба с раствором хлористого бария).

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, осторожно озоляют и затем прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 30 — 40 мин. Тигель с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание остатка и взвешивание тигля повторяют до получения постоянной массы. Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

6.6.4 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимого в воде остатка X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \qquad (7)$$

где m_1 — масса тигля с остатком, г;

m_2 — масса тигля, г;

m — масса навески медного купороса, г.

6.6.5 За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает значения, приведенного в таблице 7.

Таблица 7

В процентах

Массовая доля нерастворимого в воде остатка	Допускаемое расхождение
От 0,020 до 0,060 включ.	0,010
Св. 0,060 » 0,150 »	0,018

Допускаемая суммарная абсолютная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведена в таблице 8.

Таблица 8

В процентах

Массовая доля нерастворимого в воде остатка	Суммарная абсолютная погрешность
От 0,02 до 0,06 включ.	±0,015
Св. 0,06 » 0,25 »	±0,025

6.7 Определение массовой доли мышьяка (от 0,0005 % до 0,05 %)

6.7.1 Сущность метода

Метод основан на реакции образования мышьяково-молибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяково-молибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 660— 680 нм.

6.7.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Колбы Кн-1-250-19/26 ТС по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Баня водяная.

Стакан В-1-50 (250, 400) ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2-50 (500)-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)-25-2, 1(3)-250-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

Фильтр обеззоленный «белая лента».

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная водой в соотношении 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная водой в соотношении 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный водой в соотношении 1:50.

Железо (III) хлорид по ГОСТ 4147 или железоаммонийные квасцы, раствор с массовой концентрацией железа 70 г/дм^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор, приготовленный следующим образом: навеску соли массой 20 г растворяют в 400 см^3 воды, добавляют при перемешивании 270 см^3 серной кислоты, охлаждают раствор и разбавляют водой до 1000 см^3.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, свежеприготовленный раствор массовой концентрации 2 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Натрий двууглекислый безводный по ГОСТ 2156.

Фенолфталеин (индикатор) по нормативному документу, раствор массовой концентрации 1 г/дм^3 в этиловом спирте.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Мышьяковистый ангидрид по ГОСТ 1973.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А, содержащий 0,2 мг мышьяка в 1 см^3; готовят следующим образом: 0,1320 г мышьяковистого ангидрида помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют 2 — 3 см^3 раствора

гидроокиси натрия и растворяют при слабом нагревании. Полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до 50 — 70 см^3, добавляют 1 — 2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором серной кислоты до обесцвечивания раствора. Затем прибавляют 1 г двууглекислого натрия, охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Раствор Б (свежеприготовленный), содержащий 0,02 мг мышьяка в 1 см^3; готовят следующим образом: 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Раствор В (свежеприготовленный), содержащий 0,002 мг мышьяка в 1 см^3; готовят следующим образом: 25 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

6.7.3 Построение градуировочного графика

В ряд стаканов (или конических колб) вместимостью 250 см^3 помещают 1, 2, 4, 8 и 10 см^3 стандартного раствора Б и 1, 2, 3 см^3 стандартного раствора В, приливают по 80 — 100 см^3 воды, по 10 см^3 раствора сернокислой меди, по 2,0 см^3 раствора хлорного железа или железоаммонийных квасцов и 5 см^3 раствора азотной кислоты (1:1). Нагревают раствор до температуры 70 — 80 °С. После этого добавляют при перемешивании небольшими порциями аммиак до полного перехода меди в аммиачное комплексное соединение и осаждения мышьяка вместе с гидроксидом железа.

Раствор с осадком выдерживают на кипящей водяной бане до полной коагуляции осадка. Осадок фильтруют на фильтр «белая лента» и промывают фильтр с осадком 3 — 4 раза горячим раствором аммиака (1:50).

Осадок на фильтре растворяют в 15 см^3 соляной кислоты (1:1), собирая фильтрат в стакан или колбу, где проводили осаждение. Фильтр промывают 3 — 4 раза горячей водой и снова осаждают мышьяк вместе с гидроксидом железа аммиаком. Осадок фильтруют через тот же фильтр и промывают 3 — 4 раза горячим раствором аммиака (1:50).

Промытый осадок растворяют на фильтре в 5 — 7 см^3 раствора молибденовокислого аммония и промывают фильтр 30 — 35 см^3 горячей воды.

Фильтрат и промывную воду собирают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, приливают 7 см^3 раствора сернокислого гидразина и нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 — 20 мин.

Затем раствор охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 15 — 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при $\lambda = 656$ нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 20 или 50 мм (в зависимости от массовой доли мышьяка).

В качестве раствора сравнения используют раствор холостого опыта с добавлением всех реактивов.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам мышьяка в миллиграммах строят градуировочный график.

6.7.4 Проведение анализа

Около 5,0000 г медного купороса помещают в стакан (или коническую колбу) вместимостью 100 — 250 см^3, приливают 100 — 120 см^3 воды, перемешивают и добавляют 10 — 12 см^3 азотной кислоты. Раствор кипятят в течение 5 — 7 мин, затем охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отбирают 5 — 50 см^3 анализируемого раствора (в зависимости от массовой доли мышьяка) и помещают в стакан вместимостью 400 см^3. Затем приливают 2 см^3 раствора хлорного железа или железоаммонийных квасцов, разбавляют водой до 100 — 150 см^3 и нагревают раствор до температуры 70 — 80 °С.

Далее проводят анализ по 6.7.3.

Массу мышьяка находят по градуировочному графику.

6.7.5 Обработка результатов

Массовую долю мышьяка X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}, \qquad (8)$$

где m_1 — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем раствора в мерной колбе, см^3;

m — масса навески медного купороса, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для анализа, см^3.

6.7.6 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает значения, приведенного в таблице 9.

Таблица 9

В процентах

Массовая доля мышьяка	Допускаемое расхождение
До 0,0010 включ.	0,0005
Св. 0,0010 » 0,0050 »	0,0008
» 0,0050 » 0,010 »	0,0015
» 0,010 » 0,030 »	0,0030
» 0,030 » 0,050 »	0,0070

Допускаемая суммарная абсолютная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведена в таблице 10.

Таблица 10

В процентах

Массовая доля мышьяка	Суммарная абсолютная погрешность
До 0,0010 включ.	±0,0007
Св. 0,0010 » 0,0050 »	±0,0012
» 0,0050 » 0,010 »	±0,0022
» 0,010 » 0,030 »	±0,0050
» 0,030 » 0,050 »	±0,0100

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка определение проводят по методу, основанному на образовании мышьяковомолибденовой сини (6.7).

6.8 Определение массовой доли свинца, цинка, кадмия, никеля, кальция и магния

Интервалы определяемых массовых долей: свинца — 0,005 % — 0,02 %; цинка — 0,002 % — 0,015 %; кадмия — 0,0005 % — 0,002 %; никеля — 0,003 % — 0,006 %; кальция и магния — 0,002 % — 0,01 %.

6.8.1 Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения резонансного излучения свободными атомами определяемого элемента, образующимися при испарении аэрозоля анализируемого раствора в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух.

Интервалы определяемых массовых долей: свинца — 0,005 % — 0,02 %; цинка — 0,002 % — 0,015 %; кадмия — 0,0005 % — 0,002 %; никеля — 0,003 % — 0,006 %; кадмия и магния — 0,002 % — 0,01 %.

6.8.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с лампами с полым катодом на свинец, цинк, кадмий, никель, кальций и магний.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Пипетки по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

Колбы 1-25-2, 1-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пробирки 2-10(15)-14/3 ХС по ГОСТ 1770.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная водой в соотношениях 1:1 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная водой в соотношениях 1:1, 1:3 и 1:100.

Свинец по ГОСТ 3778.

Цинк по ГОСТ 3640.

Кадмий по ГОСТ 1467.

Никель по ГОСТ 849.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Магний металлический (стружка) марки не ниже Мг 95 по ГОСТ 804.

Медь по ГОСТ 859.

Раствор меди с массовой концентрацией меди 20 г/дм^3; готовят следующим образом: около 20,0 г меди помещают в коническую колбу вместимостью 250 — 300 см^3, приливают 25 см^3 азотной

кислоты. После прекращения бурной реакции выделения окислов азота к раствору приливают 5 — 10 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают раствор до влажных солей. Приливают 100 $см^3$ соляной кислоты (1:3), нагревают до кипения, охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Доводят раствор до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

Лантана оксид или лантана хлорид, или лантана нитрат по нормативным документам. Раствор с массовой концентрацией лантана 20 $г/дм^3$; готовят следующим образом: навеску оксида лантана массой около 22,6 г или хлорида лантана массой около 35,3 г, или нитрата лантана около 67,4 г растворяют в 70 — 100 $см^3$ соляной кислоты, разбавляют до 1000 $см^3$ водой и перемешивают.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по нормативному документу.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

В случае влияния фона меди градуировочные растворы доводят до метки раствором меди.

6.8.3 Приготовление градуировочных растворов металлов

Растворы сравнения свинца.

Раствор А: навеску свинца массой 0,5000 г растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты (1:1) при нагревании до температуры 60 — 70 °С. Раствор охлаждают, разбавляют водой и кипятят 2 — 3 мин. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг свинца.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки азотной кислотой (1:100) и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг свинца.

Градуировочные растворы свинца: в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 $мг/дм^3$ свинца; доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Растворы сравнения цинка.

Раствор А: 0,2500 г цинка растворяют в 5 $см^3$ соляной кислоты (1:1) при нагревании до температуры 40 — 50 °С. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг цинка.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг цинка.

Градуировочные растворы цинка: в мерные колбы вместимостью 200 $см^3$ помещают 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 $мг/дм^3$ цинка, доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

Растворы сравнения кадмия.

Раствор А: 0,2000 г кадмия растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты (1:1). Раствор выпаривают до 2 — 3 $см^3$. Выпаривание повторяют еще два раза с 5 $см^3$ соляной кислоты. После охлаждения приливают 4 $см^3$ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг кадмия.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг кадмия.

Раствор В: 10 $см^3$ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

1 $см^3$ раствора В содержит 0,01 мг кадмия.

Градуировочные растворы кадмия: в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают 2,0 и 5,0 $см^3$ раствора В; 1,0 и 2,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 $мг/дм^3$ кадмия. Доливают до метки водой и перемешивают.

Растворы сравнения никеля.

Раствор А: навеску никеля массой 0,1000 г растворяют в 5 — 7 $см^3$ азотной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг никеля.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг никеля.

Градуировочные растворы никеля: в мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 раствора Б, что соответствует 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мг/дм^3 никеля. Доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

Растворы сравнения кальция.

Раствор А: навеску углекислого кальция массой 1,2490 г, предварительно высушенного в шкафу при температуре (100+5) °С в течение 50 — 60 мин, растворяют в 10 см^3 соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,5 мг кальция.

Раствор Б: 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой (1:100).

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг кальция.

Градуировочные растворы кальция: в мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см^3 раствора Б кальция, что соответствует 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 и 20,0 мг/дм^3 кальция; доливают до метки соляной кислотой (1:100), перемешивают и переливают в полиэтиленовую посуду.

Растворы сравнения магния.

Раствор А: навеску свежеприготовленной металлической стружки магния массой 1,0000 г растворяют в минимальном объеме соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг магния.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг магния.

Градуировочные растворы магния: в мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 раствора Б магния, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мг/дм^3 магния, доливают до метки соляной кислотой (1:100) и перемешивают.

6.8.4 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика градуировочные растворы свинца, цинка, кадмия, никеля распыляют в воздушно-ацетиленовом (или пропан-бутан-воздух) пламени и регистрируют поглощение при длинах волн: свинца — 283,3 нм; цинка — 213,9 нм; кадмия — 228,8 нм; никеля — 232,0 нм.

От градуировочных растворов кальция и магния и анализируемых проб отбирают аликвотные части по 10 см^3 в пробирки и добавляют по 1 см^3 раствора лантана. Раствор лантана вводят перед измерением. Регистрируют поглощение при длинах волн: кальция — 422,7 нм; магния — 285,2 нм.

В растворе лантана определяют массовую долю кальция и магния и при необходимости учитывают ее.

Условия выполнения измерений должны выбираться в соответствии с эксплуатационной документацией на атомно-абсорбционный спектрофотометр, чтобы достигнуть максимальной чувствительности и воспроизводимости определения.

Для построения градуировочного графика следует использовать не менее 5 точек, при этом каждую точку находят по среднему арифметическому результату 2 — 3 параллельных измерений.

Градуировочный график строят в прямоугольных координатах в виде прямой, проходящей через начало координат. По оси абсцисс откладывают массовую концентрацию определяемого элемента в градуировочных растворах (мг/дм^3), по оси ординат — значение поглощения.

6.8.5 Проведение анализа

Навеску медного купороса массой около 2,0000 г помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, растворяют в воде, доводят объем раствора соляной кислотой (1:100) до метки и тщательно перемешивают.

Полученный раствор распыляют в пламени ацетилен-воздух (или пропан-бутан-воздух), как указано в 6.8.4.

Массовую концентрацию определяемого элемента (мг/дм^3) находят по градуировочному графику.

В случае отклонений от прямолинейного градуировочного графика съемку проводят методом ограничивающих стандартов.

Параллельно с растворами проб измеряют атомную абсорбцию растворов контрольного опыта.

6.8.6 Обработка результатов

6.8.6.1 Массовую долю свинца, цинка, кадмия, никеля, кальция, магния X_7, %, вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10}, \quad (9)$$

где C — массовая концентрация элемента, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V — объем раствора в мерной колбе, дм^3;

m — масса навески, г.

6.8.6.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает значения, приведенного в таблице 11.

Таблица 11

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля	Допускаемое расхождение
Свинец	От 0,0050 до 0,0100 Св. 0,0100 » 0,0200	0,0010 0,002
Цинк	От 0,0020 до 0,0050 Св. 0,0050 » 0,0150	0,0003 0,0006
Кадмий	От 0,00050 до 0,0010 Св. 0,0010 » 0,0020	0,0001 0,0002
Никель	От 0,0030 до 0,0060	0,0006
Кальций	От 0,0020 до 0,0050	0,0004
Магний	Св. 0,0050 до 0,010	0,0006

Допускаемая суммарная абсолютная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведена в таблице 12.

Таблица 12

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля	Суммарная абсолютная погрешность
Свинец	От 0,005 до 0,010 Св. 0,010 » 0,020	±0,0015 ±0,003
Цинк	От 0,0020 до 0,0050 Св. 0,0050 » 0,0150	±0,0005 ±0,0008
Кадмий	От 0,0005 до 0,0010 Св. 0,0010 » 0,0020	±0,00015 ±0,0003
Никель	От 0,0030 до 0,0060	±0,001
Кальций	От 0,0020 до 0,0050	±0,0006
Магний	От 0,0050 до 0,010	±0,001

6.9 Определение массовой доли сурьмы (от 0,003 % до 0,01 %)

6.9.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного хлоридного комплекса сурьмы (V) с фиолетовым кристаллическим после окисления сурьмы сульфатом церия.

6.9.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Спектрофотометр или фотоколориметр.

Стекло покровное часовое по нормативному документу.

Пипетки по ГОСТ 29227.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная водой в соотношении 1:1 и 1:10.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная водой в соотношении 1:1, 1:9, 3:97.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации 10 /дм^3.

Железо азотнокислое, раствор массовой концентрации 70 г/дм^3.

Кристаллический фиолетовый, раствор массовой концентрации 2 г/дм^3, свежеприготовленный.

Медь по ГОСТ 859.

Раствор азотнокислой меди: навеску меди массой 1,000 г растворяют в 10 — 15 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор кипятят до полного удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 10 мг меди.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Толуол по ГОСТ 5789, перегнанный.

Церий сернокислый (окисный), раствор: 4,0 г водной или 3,3 г безводной соли церия растворяют в разбавленной серной кислоте (3:97), переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки такой же серной кислотой и перемешивают.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Градуировочные растворы сурьмы.

Раствор А: навеску сурьмы массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 серной кислоты (концентрированной). Раствор охлаждают, разбавляют водой до 150 см^3, снова охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки серной кислотой (1:9) и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки разбавленной серной кислотой (1:9) и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

Раствор В: 20 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 доливают до метки разбавленной серной кислотой (1:9) и перемешивают (раствор готовят в день его применения).

1 см^3 раствора В содержит 0,002 мг сурьмы.

6.9.3 Проведение анализа

6.9.3.1 Навеску медного купороса массой около 1,0000 г помещают в колбу вместимостью 250 см^3, смачивают водой, добавляют 10 — 15 см^3 азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают до полного удаления окислов азота. Снимают стекло, обмывают его над колбой и выпаривают раствор до 5 — 7 см^3.

К охлажденному раствору приливают 15 см^3 разбавленной серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. После этого колбу охлаждают, стенки колбы обмывают водой и снова выпаривают раствор до влажных солей. Остаток охлаждают, приливают 30 см^3 соляной кислоты, нагревают до кипения и оставляют на 5 мин при 40 — 50 °С. Затем раствор охлаждают, приливают в мерную колбу вместимостью 50 — 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой и перемешивают.

Отбирают пипеткой аликвотную часть раствора 10 см^3 в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 3 см^3 воды и при перемешивании прибавляют 10 капель раствора сернокислого церия. Через 1 мин добавляют три капли раствора солянокислого гидроксиламина, переливают раствор в делительную воронку вместимостью 150 см^3 и разбавляют водой до 75 см^3. К раствору в делительной воронке прибавляют при перемешивании 20 капель кристаллического фиолетового, затем 20 см^3 толуола и встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин. После расслоения толуольный слой отделяют, обезвоживают добавлением 1 г сернокислого натрия, через 10 мин отфильтровывают от осадка соли и измеряют оптическую плотность экстракта, применяя светофильтр с областью светопропускания 610 — 620 нм в кювете толщиной поглощающего слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу сурьмы в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

6.9.3.2 Для построения градуировочного графика в пять стаканов вместимостью 100 см^3 приливают по 2 см^3 раствора азотнокислой меди, по 2 см^3 раствора азотнокислого железа, по 3 см^3 разбавленной серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления густых паров азотной кислоты. Стаканы с содержимым охлаждают и наливают в них соответственно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора В сурьмы. Растворы выпаривают почти досуха, охлаждают, приливают по 10 см^3 соляной кислоты, нагревают до кипения, охлаждают и оставляют на 5 — 10 мин при 40 — 50 °С. Затем растворы охлаждают, приливают по 3 см^3 воды, при перемешивании по 10 капель раствора сернокислого церия и далее продолжают, как указано в 6.9.3.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы сурьмы строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса сурьмы, мг.

6.9.4 Обработка результатов

6.9.4.1 Массовую долю сурьмы X_8, %, вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \qquad (10)$$

где m_1 — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г.

6.9.4.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает значения, приведенного в таблице 13.

Таблица 13

В процентах

Массовая доля сурьмы	Допускаемое расхождение
От 0,0030 до 0,0050 включ.	0,0010
Св. 0,0050 » 0,010 »	0,002

Допускаемая суммарная абсолютная погрешность результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведена в таблице 14.

Таблица 14

В процентах

Массовая доля сурьмы	Суммарная абсолютная погрешность
От 0,003 до 0,005 включ.	±0,0015
Св. 0,005 » 0,01 »	±0,003

7 Транспортирование и хранение

7.1 Медный купорос транспортируют железнодорожным транспортом в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозок грузов, автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на автомобильном транспорте, водным транспортом — с размещением контейнеров на палубе или в беспалубных судах.

Продукт, упакованный в специализированные металлические контейнеры, транспортируют по железной дороге в полувагонах или автомобильным транспортом.

Транспортирование упакованного продукта осуществляют мелкими или повагонными отправками.

Контейнеры транспортируют повагонными отправками. Размещение и крепление их на открытом подвижном составе осуществляют в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными МПС.

Медный купорос, упакованный в мешки, ящики из гофрированного картона, картонно-навивные барабаны, должен перевозиться только повагонными отправками, водным транспортом — в закрытых трюмах.

7.2 Медный купорос, упакованный в бочки, барабаны, ящики и мешки, должен транспортироваться пакетами массой не более 1,25 т. При пакетировании должны использоваться плоские деревянные поддоны по ГОСТ 9557 или ящичные поддоны по ГОСТ 9570, или плоские поддоны по ГОСТ 9078, или поддоны одноразового использования по ГОСТ 26381.

Основные параметры и размеры пакетов — по ГОСТ 24597.

На каждый пакет привязывают или приклеивают картонный или бумажный, или фанерный ярлык с транспортной маркировкой по 3.6.10.

7.3 Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение медного купороса, отправляемого в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, — по ГОСТ 15846.

7.4 Медный купорос, упакованный в бочки, барабаны, ящики и мешки, хранят в крытых складских помещениях; упакованный в контейнеры — на контейнерных площадках.

8 Гарантии изготовителя

8.1 Изготовитель гарантирует соответствие медного купороса требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

8.2 Гарантийный срок хранения медного купороса — 2 года со дня изготовления продукта.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Коды ОКП медного купороса

Марка и сорт	Код ОКП
Марка А:	
высший сорт	21 4121 0011
первый сорт	21 4121 0012
Марка Б:	
высший сорт	21 4121 0021
первый сорт	21 4121 0022
второй сорт	21 4121 0023
Медный купорос для розничной торговли (средство для защиты растений садов и огородов)	23 8710
Медный купорос для сельского хозяйства	24 4310

УДК 661.856.532:006.354 МКС 71.060.50 Л14 ОКП 21 4121

Ключевые слова: медный купорос, физико-химические показатели, требования безопасности, методы анализа, транспортирование

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 18.03.2008. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,65. Тираж 96 экз. Зак. 179.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru