

С С С Р — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КУПОРОС МЕДНЫЙ Blue vitriol	ГОСТ 2142—67 Взамен ГОСТ 2142—58 Группа Л14
--	--	---

Настоящий стандарт распространяется на медный купорос, применяемый в промышленности и сельском хозяйстве.

Формула: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Медный купорос относится к среднетоксичным ядохимикатам. При проведении сельскохозяйственных работ с ним необходимо соблюдать «Санитарные правила по хранению, транспортировке и применению ядохимикатов в сельском хозяйстве» № 531—65 Министерства здравоохранения СССР.

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Медный купорос выпускается двух марок: А и Б.

Б — предназначается для предприятий искусственного волокна;
А — для всех других потребителей.

1.2. По физико-химическим показателям медный купорос должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Показатели	Нормы для марок				
	А				
	I сорта		II сорта	III сорта	Б для искусст- венных волокон
	с суш- кой	без сушки			
1. Внешний вид и цвет					
2. Содержание $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в %, не менее	98	94	94	92	96
в пересчете на Си в %, не менее	24,9	23,9	23,9	23,4	—
3. Содержание железа (Fe) в %, не более	0,06	0,03	0,1	0,3	0,02
4. Содержание свободной серной кислоты в %, не более	0,25	0,25	0,25	0,35	0,25
5. Содержание нерастворимого в воде остатка в %, не более	0,1	0,05	0,1	0,4	0,05
6. Содержание мышьяка в %, не более	0,015	0,015	0,015	0,03	0,015

Внесен Министерством цветной промышленности СССР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 24/I 1967 г.	Срок введения 1/VII 1967 г.
--	--	--------------------------------

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена
252

П р и м е ч а н и я:

1. Для сельского хозяйства поставляется сушеный медный купорос I и II сорта марки А.

2. Медный купорос III сорта марки А предназначается для обогатительных предприятий.

1.3. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-поставщика. Поставщик должен гарантировать соответствие всего выпускаемого медного купороса требованиям настоящего стандарта.

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Для контрольной проверки качества медного купороса и соответствия его требованиям настоящего стандарта должны применяться правила отбора проб и методы испытаний, указанные ниже.

2.2. Партией считают любое количество медного купороса, отправляемое в один адрес и сопровождаемое одним документом о качестве.

2.3. Пробы отбирают от 5% мест партии, но не менее чем от трех мест (при малых партиях), щупом, погружая его на две трети глубины тарного места.

2.4. Отобранные пробы объединяют, измельчают до 2 мм, тщательно перемешивают, сокращают методом квартования до 0,5 кг и помещают в полиэтиленовый мешочек или стеклянную банку с притертой пробкой, на которые наклеивают этикетку с обозначениями: наименования продукта, сорта, номера партии и даты.

2.5. Содержание $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и примесей определяют параллельно в трех плавках. Среднее арифметическое из трех результатов, определенных с заданной точностью, считают окончательным результатом.

2.6. Для анализов и приготовления растворов реактивов применяют дистиллированную воду (ГОСТ 6709—53) и реактивы квалификации не ниже «ч. д. а.».

2.7. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей должны производиться повторные испытания удвоенного количества проб, взятых от той же партии. Результаты повторных испытаний являются окончательными.

2.8. Определение внешнего вида и цвета производят визуально.

2.9. Определение содержания медного купороса ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (арбитражный йодометрический метод).

2.9.1. Применяемые реактивы и растворы:

калий йодистый по ГОСТ 4232—65;

кислота уксусная по ГОСТ 61—51, 80%-ный раствор;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—62, 0,5%-ный раствор;

натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342—66;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215-66, 0,1 н раствор.

2.9.2. Проведение испытания

Фильтрат и промывные воды, полученные при определении нерастворимого в воде остатка (по п. 2.13), переливают в мерную колбу вместимостью 500 мл, объем раствора доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Затем пипеткой отмеривают 50 мл раствора и выливают в коническую колбу вместимостью 200 мл. Прибавляют к раствору 1 г пирофосфорнокислого натрия, 5 г йодистого калия, 10 мл раствора уксусной кислоты и оставляют колбу на 10 мин стоять в темном месте после этого титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия (вначале перемешивают очень осторожно) до тех пор, пока раствор будет иметь лишь слабожелтую окраску, затем приливают 2 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синего окрашивания.

Одновременно проводят контрольный опыт с 50 мл воды и всеми реактивами, применяющимися для определения содержания меди, и вносят поправку в результат титрования йода в испытуемом растворе.

Содержание $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{0,02497 \cdot V \cdot 500 \cdot 100}{50 \cdot G},$$

где:

G — навеска медного купороса в г;

V — объем точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный при титровании йода, в мл;

0,02497 — количество $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, соответствующее 1 мл точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, в г.

Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений составляет 0,5%.

2.10. Определение содержания медного купороса $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ методом электролиза.

2.10.1. Применяемые реагенты и растворы:

кислота азотная по ГОСТ 4461-67, разбавленная 1:1 (по объему);

кислота серная по ГОСТ 4204-66, разбавленная 1:1 (по объему);

спирт этиловый ректифицированный (гидролизный) высшей очистки.

2.10.2. Проведение испытания

5,0000 г медного купороса помещают в стакан вместимостью 300 мл и растворяют в 150 мл воды.

К раствору прибавляют 10 мл разбавленной азотной кислоты, 5 мл разбавленной серной кислоты и подвергают раствор электролизу.

лизу без перемешивания при силе тока 2,5—3 а и напряжении 2,5—3 в, применяя платиновые электроды (стакан покрывают двумя половинками часового стекла).

После обесцвечивания раствора стекла обмывают над стаканом, включают мешалку и продолжают электролиз еще 15—20 мин, затем прибавляют к электролиту 20—25 мл воды и наблюдают за свежепогруженной в раствор частью поверхности электрода; если на ней через 20—25 мин не появится налет металлической меди, считают электролиз законченным.

Последнюю операцию можно заменить другой: смешивают на белой пластиинке каплю электролита с каплей 10%-ного раствора сернистого натрия: коричневая окраска свидетельствует о неполноте осаждения.

Не выключая тока, опускают стакан с электролитом и быстро подставляют под электроды поочередно два стакана с дистиллированной водой, после чего выключают ток.

Затем вынимают электроды из гнезд (освобождая зажимы), обмывают катод спиртом, высушивают его при 100—105°C, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содеражание медного купороса $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(G_2 - G_1) \cdot 100 \cdot 3,929}{G},$$

где:

G —навеска медного купороса в г;

G_1 —вес катода (чистого) в г;

G_2 —вес катода с осадком меди в г;

3,929—коэффициент пересчета веса меди на вес медного купороса.

Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений составляет 0,3%.

2.11. Определение содержания железа

2.11.1. Применяемые реагенты, растворы и приборы:

аммиак водный по ГОСТ 3760—64;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60;

квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—48;

кислота азотная по ГОСТ 4461—67;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, разбавленная 1:1 (по объему), и 5%-ный раствор (по объему);

кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—51, 10%-ный раствор;

электрофотоколориметр ФЭК;

микробюrette вместимостью 5 мл;

типовой раствор соли железа; готовят следующим образом: 0,862 г железоаммонийных квасцов растворяют в 15—20 мл 5%-ной соляной кислоты, переливают раствор в мерную колбу вмести-

мостью 1 л, разбавляют до метки соляной кислотой такой же концентрации. 1 мл раствора содержит 0,1 мг железа.

2.11.2. Проведение испытания

10,000 г медного купороса помещают в стакан вместимостью 500 мл, прибавляют 3 г хлористого аммония и растворяют в 250—300 мл воды, затем прибавляют к раствору 1 мл концентрированной азотной кислоты, нагревают раствор и кипятят его в течение 5 мин, затем охлаждают до 60—70°C. К раствору прибавляют небольшими порциями аммиак до полного растворения выделившегося осадка основных солей меди (следует избегать большого избытка аммиака). Оставляют стакан стоять на теплой плите до полной коагуляции осадка гидроокиси железа, затем отфильтровывают его и промывают горячей водой, содержащей немного хлористого аммония и аммиака до обесцвечивания промывных вод.

Смывают осадок с фильтра струей воды в стакан, в котором происходило осаждение, приливают к осадку 12—15 мл концентрированной соляной кислоты и нагревают до растворения осадка. После этого, прибавив 0,5 г хлористого аммония, вновь осаждают аммиаком гидроокись железа, отфильтровывают и промывают осадок, как указано выше, и обрабатывают фильтр с осадком 50 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, после чего промывают фильтр горячей водой. Солянокислый раствор и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют воды до метки и хорошо перемешивают. Для определения железа отбирают пипеткой 5 мл раствора при анализе купороса марки Б и I и II сорта марки А или 1 мл при анализе купороса III сорта марки А.

Отмеренную часть раствора выливают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, 20 мл раствора сульфосалициловой кислоты и при непрерывном перемешивании прибавляют аммиак до приобретения раствором желтой окраски и избытка аммиака в 5 мл; разбавляют раствор до метки водой и хорошо перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре, применяя соответствующий светофильтр (длина волны для максимума пропускания 430 мкм) и кювету длиной 20 мм.

Для сравнения используют раствор контрольного опыта, который проводят через все стадии анализа. Содержание железа в аликвотной части раствора находят по калибровочному графику.

Содержание железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{G_1 \cdot 100 \cdot 100}{V \cdot G \cdot 1000},$$

где:

G — навеска медного купороса в г;

G_1 — количество железа, найденное в соответствии с показаниями прибора по калибровочной кривой, в мг;

V — объем аликовтной части раствора, взятой для определения железа, в мл;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов на граммы.

2.11.3. Построение калибровочного графика

В пять мерных колб вместимостью 100 мл отмеривают с помощью микробюретки 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 мл типового раствора железа (1 мл раствора содержит 0,1 мг железа).

Во все колбы прибавляют все реактивы, применяемые для определения железа (соляную кислоту, разбавленную 1:1, сульфосалициловую кислоту и т. д.). В шестую колбу вносят все реактивы, но не вводят типовой раствор железа. Разбавляют все растворы до метки водой, перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов в условиях, описанных в п. 2.11.2. Для сравнения используют раствор, в который не был введен типовой раствор железа.

П р и м е ч а н и е. Приготовленными растворами можно пользоваться для визуального определения железа.

2.12. Определение содержания свободной серной кислоты

2.12.1. Применяемые реактивы, растворы и приборы:

калий щавелевокислый по ГОСТ 5868—51*, 1 М раствор (166 г соли в 1 л раствора), нейтрализованный по феноловому красному или бромтимоловому синему;

медь сернокислая по ГОСТ 4165—48, «ч. д. а.»;

натр едкий, 0,1 н раствор, приготовленный из фиксанала;

спирт этиловый ректифицированный (гидролизный) высшей очистки;

феноловый красный (индикатор), 0,1%-ный раствор в спирте, разбавленном 1:4;

бромтимоловый синий (индикатор), 0,1%-ный раствор в спирте, разбавленном 1:4;

микробюретка вместимостью 5—10 мл.

2.12.2. Проведение испытания

2,000 г медного купороса помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и растворяют в 100 мл воды. К раствору прибавляют при непрерывном перемешивании 30 мл раствора щавелевокислого калия, 50 мл воды и 10 капель раствора фенолового красного или бромтимолового синего.

Если раствор приобретает зеленую или сине-зеленую окраску, что свидетельствует о присутствии свободной кислоты, титруют раствор 0,1 н раствором едкого натра до изменения окраски: после нейтрализации кислоты раствор становится ярко-синим.

Параллельно проводят глухой опыт: для этого растворяют 5 г реактивной сернокислой меди в 100 мл, далее поступают так,

* С 1/1 1969 г. вводится в действие ГОСТ 5868—68.

как при анализе медного купороса, и вносят поправку в результат титрования свободной кислоты в купоросе.

Содержание свободной серной кислоты (X_3) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,0049 \cdot 100}{G},$$

где:

G —навеска медного купороса в г;

V —количество точно 0,1 н едкого натра, израсходованное при титровании, в мл (с учетом титрования раствора контрольного опыта);

0,0049—количество серной кислоты, соответствующее 1 мл 0,1 н раствора едкого натра, в г.

2.13. Определение содержания нерастворимого в воде остатка

10,000 г медного купороса растворяют в 100 мл воды, фильтруют раствор через стеклянный фильтр-тигель типа ТПС-4 (ГОСТ 9775—61), предварительно высушенный при 105°C и взвешенный с точностью до 0,0002, и промывают остаток и тигель дистиллированной водой до исчезновения в промывной воде сульфат-иона (качественная пробы с раствором хлористого бария). Фильтрат и промывные воды сохраняют для определения содержания меди. Тигель с остатком высушивают при 105°C до постоянного веса.

Содержание нерастворимого в воде остатка (X_4) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G —навеска медного купороса в г;

G_1 —вес нерастворимого остатка в г.

2.14. Определение содержания мышьяка

2.14.1. Применяемые реагенты и растворы:

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—64, 2%-ный раствор в серной кислоте; готовят следующим образом: 20 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 мл воды, добавляют при перемешивании 270 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают раствор и разбавляют водой до 1 л;

аммиак водный по ГОСТ 3760—64 и разбавленный 1:50;

ангидрид мышьяковистый;

гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—65, 0,2%-ный раствор;

железо азотнокислое по ГОСТ 4111—65, 7%-ный раствор (1 мл раствора содержит около 10 мг железа);

кислота азотная по ГОСТ 4461—67, разбавленная 1:1;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, разбавленная 1:1;

медь сернокислая по ГОСТ 4165—48, «ч. д. а.»;
перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 177—55;

раствор сернокислой меди; готовят следующим образом: 20 г сернокислой меди марки «ч. д. а.» растворяют при нагревании в 150 мл воды. Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 200 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

2.14.2. Приготовление типовых растворов мышьяка

Раствор А. 0,1320 г мышьяковистого ангидрида растворяют в 20—30 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, с добавлением 30—40 капель пергидроля, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 мл, разбавляют до метки соляной кислотой указанной концентрации и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,2 мг мышьяка.

Раствор Б. 25 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают до метки соляной кислоты, разбавленной 1:1, и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,02 мг мышьяка.

2.14.3. Проведение испытания

5,000 г купороса растворяют в 100 мл воды, прибавляют 25 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят раствор в течение 5—7 мин.

По охлаждении раствора переливают его в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают 50 мл раствора в колбу вместимостью 300—350 мл, приливают 2 мл раствора азотнокислого железа, разбавляют раствор до объема 180—200 мл, нагревают до 70—80°C и при перемешивании добавляют небольшими порциями аммиак до полного перехода меди в аммиачное комплексное соединение.

Раствор с осадком выдерживают на кипящей водяной бане до полной коагуляции осадка. Отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака, разбавленным 1:50.

Смывают осадок струей воды в стакан и прибавляют для растворения его 10 мл соляной кислоты.

Разбавив раствор до 100—120 мл, вновь осаждают железо (и мышьяк) аммиаком. Промытый осадок растворяют на фильтре в 5 мл раствора молибденовокислого аммония в серной кислоте и промывают фильтр 30 мл горячей воды.

Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 50 мл, приливают 7 мл раствора сернокислого гидразина и нагревают колбу в кипящей водяной бане в течение 15 мин.

Затем раствор охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре, применяя светофильтр с максимумом пропускания лучей света длиной волны 656 мкм.

Для сравнения служит раствор глухого опыта, который проводят следующим образом: к 50 мл воды прибавляют 10 мл раствора сернокислой меди марки «ч. д. а.», прибавляют к раствору 5 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят раствор 5—7 мин и охлаждают, затем выполняют все операции, какие производят с аликовтной частью раствора купороса, как указано выше в настоящем пункте.

Содержание мышьяка в колбе устанавливают по калибровочному графику.

Содержание мышьяка (X_5) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_5 = \frac{G_1 \cdot 250 \cdot 100}{50 \cdot G \cdot 1000},$$

где:

G —навеска купороса в г;

G_1 —количество мышьяка, найденное в соответствии с показанием прибора по калибровочной кривой, в мг;

1000—коэффициент пересчета миллиграммов на граммы.

2.14.4. Построение калибровочного графика

В пять конических колб вместимостью 300 мл наливают по 150 мл воды и прибавляют по 10 мл раствора сернокислой меди, по 5 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, и по 2 мл раствора азотнокислого железа; в четыре колбы вводят поочередно 2,0; 4,0; 8,0 и 10,0 мл типового раствора с содержанием 0,02 мг мышьяка в 1 мл (раствор Б), в пятую колбу типовой раствор мышьяка не вводят (содержимое этой колбы служит для приготовления раствора сравнения при измерении оптической плотности исследуемых растворов).

Растворы кипятят 5—7 мин, охлаждают до 70—80°C и осаждают железо (и мышьяк) аммиаком. Затем проводят все последующие операции, какие выполняют при определении мышьяка в купоросе.

3. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

3.1. Медный купорос упаковывают в деревянные бочки по ГОСТ 8777—67, фанерные барабаны по ГОСТ 9338—60, ящики, весом 50—120 кг, двойные мешки (внутренний полиэтиленовый, наружный джутовый) или в четырехслойные непропитанные бумажные (или из двунитки), весом 35—50 кг.

3.2. Медный купорос для сельского хозяйства упаковывают в мешки (по п. 3.1) весом брутто 25—30 кг, ящики и бочки весом брутто 50 кг.

В ящики и бочки делается внутренний бумажный или полиэтиленовый вкладыш.

Бочки стягиваются железными обручами.

3.3. На каждое тарное место несмываемой краской наносят обозначения: название и сорт продукции, номер партии, вес брутто и нетто, номер настоящего стандарта. На таре с медным купоросом для сельского хозяйства наносится несмываемой краской сигнальная полоса зеленого цвета. Допускается наклеивать этикетки или прикреплять бирки с теми же обозначениями на тару с купоросом, поставляемым для промышленности.

3.4. Каждая поставляемая партия медного купороса должна сопровождаться документом, удостоверяющим качество медного купороса и соответствие требованиям настоящего стандарта. Документ должен также содержать:

- а) наименование продукции и сорт;
- б) номер партии и количество мест в партии;
- в) вес нетто;
- г) результаты анализа;
- д) дату отгрузки;
- е) номер настоящего стандарта.

Замена

ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.

ГОСТ 4461—67 введен взамен ГОСТ 4461—48.

ГОСТ 8777—67 введен взамен ГОСТ 8777—58.
