

РЕАКТИВЫ

МЕДЬ (II) УГЛЕКИСЛАЯ ОСНОВНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Б311—2000

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

3.М. Ривина, Г.И. Федотова, Л.В. Кидиярова, Л.Н. Костяшина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.03.79 № 1144

3. ВЗАМЕН ГОСТ 8927-71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61-75	4.2.1	ГОСТ 6709-72	4.2.1, 4.3.1, 4.8.1
ГОСТ 83-79	4.5	ГОСТ 10163-76	4.2.1
ГОСТ 1277-75	4.3.1, 4.6	ГОСТ 10555-75	4.7
ГОСТ 1770-74	4.2.1, 4.3.1, 4.6, 4.8.1	ГОСТ 10671.4-74	4.4
ГОСТ 3118-77	4.3.1, 4.8.1	ГОСТ 10671.5-74	4.5
ГОСТ 3885-73	3.1, 4.1, 5.1	ГОСТ 10671.7-74	4.6
ГОСТ 4212-76	4.8.1	ГОСТ 25336-82	4.2.1, 4.3.1, 4.6
ГОСТ 4232-74	4.2.1	ГОСТ 25794.2-83	4.2.1
ГОСТ 4461-77	4.5, 4.6	ГОСТ 27025-86	4.1а
ГОСТ 4919.1-77	4.2.1, 4.5, 4.6	ГОСТ 27068-86	4.2.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

6. ИЗДАНИЕ (январь 2004 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1989 г. (ИУС 3-90)

Редактор *В.И. Копысов*
 Технический редактор *О.Н. Власова*
 Корректор *В.И. Варенцова*
 Компьютерная верстка *Л.А. Кругомой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 17.02.2004. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,73. Тираж 96 экз. С 901. Зак. 203.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Кодолезский пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов – тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
 Плр № 080102

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы

Медь (II) УГЛЕКИСЛАЯ ОСНОВНАЯ

ГОСТ
8927-79

Технические условия

Reagents. Cupric (II) carbonate basic. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 2224 0360 08

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на основную углекислую медь (II), которая представляет собой порошок светло-зеленого цвета, нерастворима в воде и спирте, растворима в кислотах и водных растворах аммиака, цианидов, солей аммония и щелочных карбонатов с образованием комплексных солей меди.

Формула $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 221,12.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Основная углекислая медь (II) должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям основная углекислая медь (II) должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д.а.) ОКП 26 2224 0362 06	Чистый (ч.) ОКП 26 2224 0361 07
1. Массовая доля основной углекислой меди (II) $[\text{CuCO}_3 \times \text{Cu}(\text{OH})_2]$, %, не менее	97,5	96
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,01	0,02
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,01	0,03
4. Массовая доля сульфатов, (SO_4) , %, не более	0,02	0,05
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,01
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,01	0,05
7. Массовая доля натрия, калия ($\text{Na} + \text{K}$), %, не более	0,2	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Основная углекислая медь (II) токсична. При попадании внутрь организма вызывает отравление, при попадании на кожу и слизистые оболочки — раздражение.

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

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией; анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Массовую долю общего азота в препарате квалификации «чистый» изготавитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании используют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г — М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы обтирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 60 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Определение массовой доли основной углекислой меди (II)

4.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюretка 1 (2) — 2—50—0,1 по НТД.

Колба Кн-2 — 250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3) — 50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор 1 : 2.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %, свежеприготовленный, готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2.

4.2.2. Проведение анализа

Около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 30 см³ раствора уксусной кислоты при нагревании на водяной бане. Раствор охлаждают, прибавляют 2 г йодистого калия, перемешивают и титруют выделившийся йод раствором 5-водного серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала.

4.2.3. Обработка результатов

Массовую долю основной углекислой меди (II) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01106 \cdot 100}{m},$$

где 0,01106 — масса основной углекислой меди (II), соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);

V — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение йодатов в применяемом количестве йодистого калия. При обнаружении примеси в результат анализа вносят соответствующую поправку.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.2.1—4.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

4.3.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277 раствор с массовой долей около 1,7 %.

Стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—100(50) по ГОСТ 1770.

4.3.2. Проведение анализа

10,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 100 см³ воды и 40 см³ соляной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают горячей водой до исчезновения реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра) и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарата считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

- для препарата чистый для анализа — 1 мг,

- для препарата чистый — 2 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 45\%$ для препарата квалификации «ч. д. а.» и $\pm 25\%$ для препарата квалификации «ч.» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.4. Определение массовой доли общего азота

При этом 0,50 г препарата помещают в колбу прибора для определения аммиака дистилляцией, осторожно растворяют в 3 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и далее определение проводят по ГОСТ 10671.4 фотометрическим методом, прибавляя 8 см³ раствора гидроксида натрия вместо 5 см³. Для анализа берут 7 см³ отгоненного раствора (соответствуют 0,1 г препарата).

Допускается определение проводить визуально-колориметрическим методом.

Препарата считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса общего азота не будет превышать:

- для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

- для препарата чистый — 0,03 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом.

4.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 0,20 г препарата помещают в колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³) и растворяют в 1,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %. Объем раствора доводят водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом для окрашенных солей.

Препарата считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

- для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,

- для препарата чистый — 0,10 мг.

Допускается проводить определение визуально-нефелометрическим методом. При этом 1,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 150 см³ (с меткой на 100 см³) и осторожно растворяют

в 5 см³ раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461) с массовой долей 25 %. Раствор тщательно перемешивают до прекращения выделения пузырьков углекислого газа. Затем прибавляют 80 см³ воды, нагревают до кипения, сразу же прибавляют при перемешивании 15 см³ раствора углекислого натрия, х. ч. (ГОСТ 83) с массовой долей 10 %, и выдерживают 1 ч. После охлаждения объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячим раствором углекислого натрия с массовой долей 1 % – раствор А (раствор сохраняют для определения массовой доли хлоридов).

10 см³ полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³), прибавляют 2–3 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и осторожно, при перемешивании нейтрализуют по каплям раствором соляной кислоты с массовой долей 10 % до обесцвечивания раствора. Затем доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), прибавляя 0,5 см³ раствора соляной кислоты вместо 1 см³.

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

- для препарата чистый для анализа – 0,02 мг SO₄,
- для препарата чистый – 0,05 мг SO₄,

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

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

4.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и растворяют в 5 см³ раствора азотной кислоты. Далее определение проводят фототурбидиметрическим методом (способ 2) для окрашенных солей, прибавляя 0,5 см³ раствора азотной кислоты вместо 2 см³.

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

- для препарата чистый для анализа – 0,01 мг,
- для препарата чистый – 0,10 мг.

Допускается проводить определение визуально-нефелометрическим методом. При этом 50 см³ раствора А, полученного по п. 4.5 (соответствуют 0,5 г препарата), помещают цилиндром (ГОСТ 1770) в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 100 см³ (с меткой на 60 см³), прибавляют 2–3 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и нейтрализуют по каплям при тщательном перемешивании раствором азотной кислоты (ГОСТ 4461) с массовой долей 25 % до обесцвечивания раствора, прибавляют еще 2 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора азотнокислого серебра (ГОСТ 1277) с массовой долей около 1,7 %, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

- для препарата чистый для анализа – 0,005 мг Cl,
 - для препарата чистый – 0,05 мг Cl,
- 2 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

4.7. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555 с подготовкой для анализа окрашенных соединений. При этом 1,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 20 см³ воды и 5 см³ раствора азотной кислоты и кипятят в течение 5 мин. Далее проводят отделение железа в виде гидроксида раствором аммиака в присутствии хлористого аммония, осадок на фильтре растворяют горячим раствором соляной кислоты.

Фильтрат и промывные воды, содержащие железо, собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см³ полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят сульфосалициловым методом, прибавляя 0,8 см³ раствора соляной кислоты вместо 1 см³.

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

- для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
- для препарата чистый — 0,050 мг.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение железа в применяемых количествах хлористого аммония, азотной кислоты и аммиака. При обнаружении примеси в результате анализа вносят соответствующую поправку.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

4.3.1—4.7. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8. Определение массовой доли калия и натрия

4.8.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн».

Пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Горелка газовая.

Распылитель.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4(5)—2—1 (2) и 6 (7)—2—5 (10) по НТД.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор 1 : 1.

Раствор с концентрацией 1 мг/см³ натрия (раствор А) готовят по ГОСТ 4212.

Раствор, содержащий калий, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор с концентрацией 0,01 мг/см³ калия (раствор Б).

Медь (II) углекислая основная по настоящему стандарту с известным содержанием натрия и калия, установленным методом добавок — раствор с массовой долей 10 % (раствор В).

Все исходные растворы и растворы сравнения необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8.2. Подготовка к анализу

4.8.2.1. Приготовление анализируемого раствора

1,00 г препарата помещают в мерную колбу и растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.8.2.2. Приготовление растворов сравнения

В пять мерных колб помещают по 20 см³ воды, 10 см³ раствора В и объемы растворов А и Б, указанные в табл. 2.

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

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см ³	Объем раствора Б, см ³	Масса примеси в 100 см ³ раствора сравнения, мг		Массовая доля в пересчете на препарат, %	
			Na	K	Na	K
1	0	0	—	—	—	—
2	0,5	1,0	0,5	0,01	0,05	0,001
3	1,0	2,0	1,0	0,02	0,1	0,002
4	1,5	3,0	1,5	0,03	0,15	0,003
5	2,0	4,0	2,0	0,04	0,2	0,004

4.8.2.1, 4.8.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансной линии Na—589,0—589,6 нм, K—766,5 нм, возникающих в спектре пламени газ — воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей, и вычисляют

среднее арифметическое значение показаний, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения. После каждого измерения распыляют воду.

4.8.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения по оси ординат, массовые доли примесей в препарате — по оси абсцисс.

Массовую долю примесей в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2—1, 2—4.

Группа фасовки: III, IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие основной углекислой меди (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).