



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ЦИНК ХЛОРИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4529—78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

Реактивы
ЦИНК ХЛОРИСТЫЙ
Технические условия

ГОСТ
4529—78

Reagents. Zinc chloride. Specifications

ОКП 26 2225 0440 04

Срок действия с 01.01.79
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на хлористый цинк, представляющий собой белые кристаллы; хорошо растворим в воде, метиловом и этиловом спиртах, диэтиловом эфире, глицерине, уксусной кислоте; сильно гигроскопичен.

Формула $ZnCl_2$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 136,29.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Хлористый цинк должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям хлористый цинк должен соответствовать значениям, указанным в табл. 1.

Наименование показателя	Значение	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2225 0442 02	Чистый (ч.) ОКП 26 2225 0441 03
1. Массовая доля хлористого цинка ($ZnCl_2$), %, не менее	98	98
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,005	0,010
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,002	Не нормируется
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010
6. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,001	0,002
7. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,001	0,005
8. Массовая доля натрия, калия и кальция (Na+K+Ca), %, не более	0,025	0,100
9. Массовая доля хлорокиси в пересчете на окись цинка, %, не более	1,0	1,0

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовые доли сульфатов, натрия, калия, кальция и хлорокиси изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения 2 и 3-го классов точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г или 1 кг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 160 г.

3.2. Определение массовой доли хлористого цинка

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 0,2000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью

250 см³, растворяют в 100 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76.

Масса хлористого цинка, соответствующая 1 см³ раствора ди-На-ЭДТА концентрации c (ди-На-ЭДТА) = 0,05 моль/дм³, равна 0,006814 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,35%.

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

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.3.1. *Реактивы, растворы, посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы с массовой долей 25 и 2%; готовят по ГОСТ 4517—87.

Пипетка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Стакан В(Н)-1—250(400) по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

3.3.2. 20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 100 см³ воды. К раствору прибавляют 4 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25%, накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 50 см³ горячего раствора соляной кислоты с массовой долей 2%, затем 50 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

Препарат 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 40%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 40\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.4. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в колбу прибора (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82) для определения аммиака дистилляцией, растворяют в воде и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом, прибавляя 16 см³ раствора гидроксида натрия вместо 5 см³.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг.

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

При необходимости в результате анализа вносят поправку на массовую долю азота, содержащегося в 11 см³ раствора гидроксида натрия, определяемую контрольным опытом в условиях определения.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 50—100 см³ и растворяют в 25 см³ воды. Далее определение проводят фототурбидиметрическим методом или визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг,

для препарата «чистый» — 0,10 мг.

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

3.6. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75.

При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 20 см³ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом, прибавляя 10 см³ водного аммиака вместо 5 см³.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 мг,

для препарата «чистый» — 0,010 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.3.1—3.6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7. Определение массовой доли меди и свинца

Определение проводят по ГОСТ 21979—76 полярографическим методом.

3.8. Определение массовой доли калия, натрия и кальция

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование и других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75 (для определения кальция).

Пропан-бутан (для определения калия и натрия) или газ из городской сети.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Горелка.

Распылитель.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор с массовой долей 25%; готовят по ГОСТ 4517—87.

Растворы, содержащие Na, K и Ca, готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением и смешением получают раствор А, содержащий по 0,02 мг/см³ Na, K и Ca.

Все растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.2. Подготовка к анализу

3.8.2.1. Приготовление анализируемого раствора

1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, подкисленной 2—3 каплями раствора соляной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.8.2.2. Приготовление растворов сравнения

В семь мерных колб помещают указанные в табл. 2 объемы раствора А. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.8.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Анализ проводят в пламени газ-воздух, используя аналитические линии, нм: Na — 589,0—589,6, K — 766,5, Ca — 422,7.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания массовых долей примесей. Затем проводят фотометриро-

Номера растворов сравнения	Объем раствора А, см ³	Масса добавок в 100 см ³ раствора сравнения, мг			Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
		Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	1	0,02	0,02	0,02	0,002	0,002	0,002
2	2	0,04	0,04	0,04	0,004	0,004	0,004
3	3	0,06	0,06	0,06	0,006	0,006	0,006
4	4	0,08	0,08	0,08	0,008	0,008	0,008
5	5	0,1	0,1	0,1	0,01	0,01	0,01
6	10	0,2	0,2	0,2	0,02	0,02	0,02
7	20	0,4	0,4	0,4	0,04	0,04	0,04

вание в обратной последовательности, начиная с максимальных массовых долей примесей, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании воды, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

3.8.4. Обработка результатов

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

Массовую долю примесей в процентах определяют по графику.

При определении массовой доли примесей методом ограничивающих растворов проводят фотометрирование спектров двух растворов сравнения и анализируемого раствора. Масса определяемого элемента в одном из растворов сравнения должна быть меньше, а в другом больше, чем в анализируемом растворе.

Массовую долю определяемой примеси (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \left[m_1 + \frac{(m_2 - m_1)(A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{100}{m \cdot 1000}$$

где m_1 и m_2 — массы определяемого элемента в 100 см³ раствора сравнения, мг ($m_2 > m_1$);

A — значение интенсивности излучения для анализируемого раствора;

A_1 и A_2 — значения интенсивности излучения для растворов сравнения;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхож-

дение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10%.

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

3.8.2.1—3.8.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли хлорокиси в пересчете на окись цинка

3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 6—2—5 или 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—24/29 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—100 или мензурка 100 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации точно $c(\text{HCl})=1$ моль/дм³ (1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Конго красный (индикатор), раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации точно $c(\text{NaOH})=1$ моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Мешалка магнитная типа ММ-3.

3.9.2. *Проведение анализа*

5,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 80 см³ воды, прибавляют из бюретки или пипетки медленно, перемешивая магнитной мешалкой, 5 см³ раствора соляной кислоты и 5 капель раствора конго красного.

Избыток соляной кислоты титруют раствором гидроокиси натрия из бюретки, прибавляя его по каплям при перемешивании магнитной мешалкой до перехода сине-фиолетовой окраски в красную.

3.9.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлорокиси в пересчете на окись цинка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,04069 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, взятый для определения, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,04069 — масса оксида цинка, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1%.

3.9.1—3.9.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 2—6, 2—7, 2—9, 9—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 19433—88 (класс 8, подкласс 8.3, классификационный шифр 8373).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие хлористого цинка требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Препарат и его растворы обладают прижигающим действием на кожу и слизистые оболочки.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма.

6.3. 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).

6.4. При проведении анализа препарата с использованием горючих газов следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**РАЗРАБОТЧИКИ**

М. Д. Сидоров, И. Я. Кириченко, Н. Г. Труфанова, В. А. Гагиева, Г. Е. Лукьянова, Г. В. Грязнов, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, Е. Н. Яковлева, Н. Д. Печникова, Л. В. Кидиярова, И. В. Жарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 03.02.78 № 361**3. ВЗАМЕН ГОСТ 4529—69****4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	3.3.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 3118—77	3.3.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4212—76	3.8.1
ГОСТ 4326—77	3.9.1
ГОСТ 4517—87	3.3.1, 3.8.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 10555—75	3.6
ГОСТ 10671.4—74	3.4
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 20292—74	3.3.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 21979—76	3.7
ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.4, 3.9.1
ГОСТ 25794.1—83	3.9.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

5. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 22.06.88 № 2102**6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1990 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. [ИУС 10—88]**

Редактор Р. С. Федорова

Технический редактор Л. В. Свицарчук

Корректор Г. И. Чуйко

Сдано в наб. 25.04.90 Подп. в печ. 10.08.90 0,75 усл. л. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,61 уч.-изд. л.
Тираж 3000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123857, Москва, ГСП,
Новопрессинский пер., д. 3.

Виднокуская типография Издательства стандартов, ул. Дарлус и Гирено, 39, Зак. 894.