



+

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ
АММОНИЙ ЩАВЕЛЕВОКИСЛЫЙ
1-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5712—78

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

к ГОСТ 5712—78 Реактивы. Аммоний шавелевокислый 1-водный. Технические условия (см. изменение № 1, ИУС № 1—88)

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---------------|--|---|
| Пункт 4.1 | <p>На транспортную тару наносят манипуляционные знаки «Бойтся сырости» и «Осторожно, хрупкое» (для стеклянной потребительской тары) по ГОСТ 14192—77</p> | <p>На тару наносят манипуляционные знаки «Бережь от влаги» и «Хрупкое осторожно» (для стеклянной потребительской тары) по ГОСТ 14192—77 и знаки опасности по ГОСТ 19433—88 (классификационный шифр 6163, черт. 66, класс 6, подкласс 6.1); серийный номер ООН 2449.</p> |

(ИУС № 11 1991 г.)

Реактивы

АММОНИЙ ЩАВЕЛЕВОКИСЛЫЙ 1-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ

5712—78

Reagents. 1-aqueous ammonium oxalate. Specifications

ОКП 26 3422 0040 09

Срок действия с 01.01.79

до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 1-водный щавелево-кислый аммоний, который представляет собой бесцветные кристаллы, растворимые в воде, метиловом и этиловом спиртах.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

Эмпирическая формула: $C_2H_8N_2O_4 \cdot H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 142,11.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 1-водный щавелевокислый аммоний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 1-водный щавелевокислый аммоний должен соответствовать нормам, указанным в таблице.



| Наименование показателя | Норма | | |
|---|--|---|---------------------------------|
| | Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3422 0043 06 | Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3422 0042 07 | Чистый (ч.) ОКП 26 3422 0041 08 |
| 1. Массовая доля 1-водного шавелевокислого аммония ($C_2H_2N_2O_4 \cdot H_2O$), %, не менее | 99,8 | 99,8 | 99,5 |
| 2. pH раствора препарата с массовой долей 2,5% | 6,3—7,0 | 6,3—7,0 | Не нормируется |
| 3. Массовая доля не растворимых в воде веществ, %, не более | 0,003 | 0,005 | » |
| 4. Массовая доля остатка после прокалывания в виде сульфатов, %, не более | 0,005 | 0,010 | 0,020 |
| 5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более | 0,00025 | 0,00050 | 0,00200 |
| 6. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более | 0,002 | 0,005 | 0,020 |
| 7. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более | 0,0005 | 0,0010 | Не нормируется |
| 8. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более | 0,0005 | 0,0005 | » |
| 9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более | 0,0002 | 0,0005 | 0,0010 |
| 10. Массовая доля железа (Fe), %, не более | 0,0002 | 0,0002 | 0,0010 |
| 11. Массовая доля мышьяка (As), %, не более | 0,00002 | 0,00002 | Не нормируется |

1.1, 1.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовую долю не растворимых в воде веществ, нитратов, фосфатов, тяжелых металлов и мышьяка изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 400 г.

3.2а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

Для взвешивания используют лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104-88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.2. Определение массовой доли 1-водного щавелевокислого аммония

3.2.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517-87.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, раствор концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2-83.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор с массовой долей 25 %.

Бюретки 1 (4)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292-74.

Колбы Кн-1—250—29/32 ТС, Кн-2—250—34 ТС по ГОСТ 25336—82.

Стаканчик для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82.

Термометр ТЛ-2 1-А (Б) 2 по ГОСТ 215—73.

Цилиндр 3—50 по ГОСТ 1770—74.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 30 см³ воды. К раствору прибавляют 20 см³ раствора серной кислоты, нагревают до 75—80°C и титруют в горячем состоянии раствором марганцовокислого калия до появления не исчезающей розовой окраски.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю 1-водного щавелевокислого аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,007105 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент поправки раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм³;

0,007105 — масса 1-водного щавелевокислого аммония, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 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 0,2 %, при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3. Определение рН раствора препарата с массовой долей 2,5 %

2,50 г препарата помещают в колбу Кн(П)-2—250—34 или Кн(П)-1—250—29/32 (ГОСТ 25336—82), прибавляют цилиндром 3—100 (ГОСТ 1770—74) 97,5 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—75), тщательно перемешивают и измеряют рН раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ рН.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15 рН.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,1$ рН при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.2.1.—3.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение массовой доли не растворимых в воде веществ

3.4.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель ТФ-40-ПОР 10(16) ХС по ГОСТ 25336—82.

Стакан В-1—1000 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1 (3)—500(250) по ГОСТ 1770—74.

Чашка ЧВК-1 (2)—250(500) по ГОСТ 25336—82.

3.4.2. Проведение анализа

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 500 см³ воды. Стакан накрывают чашкой, выдерживают в течение 1 ч на водяной бане и фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 200 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

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

для препарата химически чистый — 1,5 мг,

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 2. Допускаемая суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ также указана в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля не растворимых в воде веществ, %, не более | Допускаемое расхождение d , отн. % | Допускаемая суммарная погрешность Δ , отн. % |
|--|--------------------------------------|---|
| 0,003 | 17 | ± 23 |
| 0,005 | 11 | ± 10 |

3.5. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 27184—86. Масса навески препарата — 20,00 г. Допускается проводить определение в платиновой чашке (ГОСТ 6563—75).

Остаток сохраняют для определения массовой доли железа по п. 3.11.

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 4,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют при нагревании в 16 см³ воды и 14 см³ концентрированной азотной кислоты и охлаждают. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

Далее определение проводят для препарата квалификации х. ч., ч.д.а. и ч. визуальном-нефелометрическим (в объеме 40 см³) или для препарата квалификации ч.д.а. и ч. фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) методом, не прибавляя азотной кислоты. Аналогичным образом готовят растворы сравнения.

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

- для препарата химически чистый — 0,01 мг,
- для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,
- для препарата чистый — 0,08 мг.

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

3.4.1.—3.6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7. Определение массовой доли сульфатов

3.7.1. Реактивы и растворы

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, х.ч., раствор с массовой долей 3%.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, х.ч., раствор с массовой долей 1%.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 10%.

3.7.2. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1,00 г препарата квалификации х.ч. или ч.д.а. или 0,50 г препарата квалификации ч. помещают в платиновую чашку, смачивают 2 см³ раствора углекислого натрия и выпаривают досуха сначала на водяной бане, затем на песчаной и прокалывают в муфельной печи при 600—700 °С до побеления остатка, обрабатывая его в процессе прокалывания 1—2 см³ воды не менее 3—4 раз.

Прокаленный остаток охлаждают и растворяют в 10 см³ воды, переносят в коническую колбу или стакан вместимостью 50 см³, прибавляют 1 см³ раствора перекиси водорода и кипятят в течение 5 мин. Затем приливают 2 см³ раствора соляной кислоты и выпаривают досуха.

Остаток растворяют в 10 см³ горячей воды. При необходимости раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой.

При необходимости раствор нейтрализуют по *n*-нитрофенолу раствором аммиака с массовой долей 10 %, доводят объем раствора водой до 25 см³.

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 химически чистый | —0,02 мг, |
| для препарата чистый для анализа | —0,05 мг, |
| для препарата чистый | —0,10 мг. |

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

3.8. Определение массовой доли нитратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2—74. При этом 2,00 г препарата помещают в тщательно вымытую коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ воды, перемешивают и далее определение проводят методом с применением индигокармина.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

| | |
|----------------------------------|----------------------------|
| для препарата химически чистый | —0,01 мг NO ₃ , |
| для препарата чистый для анализа | —0,02 мг NO ₃ , |

1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ серной кислоты.

3.9. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 5,00 г препарата помещают в платиновую или фарфоровую чашку и про-

калывают в муфельной печи при 500°C до побеления остатка, обрабатывая его в процессе прокаливания 1—2 см³ воды. Прокаленный остаток охлаждают и растворяют в 10 см³ воды и 5 см³ раствора азотной кислоты (при необходимости раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой) и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

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

| | |
|----------------------------------|------------|
| для препарата химически чистый | —0,025 мг, |
| для препарата чистый для анализа | —0,025 мг. |

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов определение заканчивают фотометрически.

3.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 10,00 г препарата помещают в фарфоровый тигель и обугливают на песчаной бане или электроплитке. Остаток охлаждают, смачивают 1 см³ серной кислоты, нагревают до удаления паров серной кислоты, затем прокалывают в муфельной печи при температуре не выше 500°C до получения остатка белого цвета. Если остаток содержит частички несгоревшего препарата, его повторно обрабатывают серной кислотой. Прокаленный остаток охлаждают, обрабатывают 2 см³ раствора соляной кислоты и 1 см³ раствора азотной кислоты, выпаривают на водяной бане досуха, охлаждают и растворяют в 1 см³ раствора соляной кислоты. Раствор количественно переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³ с меткой на 20 см³, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по универсальной индикаторной бумаге до pH-7, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят фотометрически или визуально-колориметрически тиацетамидным методом.

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

| | |
|----------------------------------|-----------|
| для препарата химически чистый | —0,02 мг, |
| для препарата чистый для анализа | —0,05 мг, |
| для препарата чистый | —0,10 мг. |

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят фотометрически.

3.11. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом к остатку после прокаливания, полученному по п. 3.5, прибавляют 4 см³ раствора соляной кислоты, нагревают, прибавляют 10—15 см³ воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаж-

дают, доводят объем водой до метки и перемешивают. 25 см³ полученного раствора (соответствуют 5 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³).

Далее определение проводят сульфосалициловым методом без добавления раствора соляной кислоты.

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

| | |
|----------------------------------|-----------|
| для препарата химически чистый | —0,01 мг, |
| для препарата чистый для анализа | —0,01 мг, |
| для препарата чистый | —0,05 мг. |

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

3.12. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 5,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка и растворяют при нагревании в 50 см³ воды. Далее определение проводят визуальным методом с применением бромно-ртутной бумаги в солянокислой или сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутовой бумаги от анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски бромнортутовой бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме

| | |
|----------------------------------|----------------|
| для препарата химически чистый | — 0,001 мг As, |
| для препарата чистый для анализа | — 0,001 мг As |

и соответствующие количества реактивов, указанные в ГОСТ 10485—75.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка определение проводят в сернокислой среде.

3.7.—3.12. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 6—1, 11—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

На транспортную тару наносят манипуляционные знаки: «Бойтся сырости» и «Осторожно, хрупкое» (для стеклянной потребительской тары) по ГОСТ 14192—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в закрытой таре в крытых вентилируемых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 1-водного щавелевокислого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — 3 года со дня изготовления.
Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 1-водный щавелевокислый аммоний не токсичен и не взрывоопасен. В больших количествах может вызывать раздражение слизистых оболочек пищевода, желудка и кишечника, дыхательных путей и кожных покровов.

6.2. При работе с 1-водным щавелевокислым аммонием следует применять средства индивидуальной защиты.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с 1-водным щавелевокислым аммонием, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. В. Грязнов; Т. Г. Манова; И. Л. Ротенберг; В. Н. Смородинская; Э. П. Кравчук; И. Г. Столярова; А. Г. Петухов; Н. Г. Чернова; В. Ф. Крот; Т. А. Вересова; В. Ф. Олейник; И. С. Колчинская; Т. М. Сас; Е. Д. Шигина; И. В. Жарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10 февраля 1978 г. № 421

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5712—67, ГОСТ 5.1750—72

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|
| ГОСТ 83—79 | 3.7.1 |
| ГОСТ 215—73 | 3.2.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 3.2.1; 3.3; 3.4.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 3.7.1 |
| ГОСТ 8885—73 | 2.1; 3.1; 4.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 3.2.1 |
| ГОСТ 4517—87 | 3.2.1; 3.3 |
| ГОСТ 6563—75 | 3.5 |
| ГОСТ 6709—72 | 3.2.1; 3.4.1 |
| ГОСТ 10485—75 | 3.12 |
| ГОСТ 10555—75 | 3.11 |
| ГОСТ 10671.2—74 | 3.8 |
| ГОСТ 10671.5—74 | 3.7.2 |
| ГОСТ 10671.6—74 | 3.9 |
| ГОСТ 10671.7—74 | 3.6 |
| ГОСТ 10929—76 | 3.7.1 |
| ГОСТ 14192—77 | 4.1 |
| ГОСТ 17319—76 | 3.10 |
| ГОСТ 20292—74 | 3.2.1 |
| ГОСТ 20490—75 | 3.2.1 |
| ГОСТ 24104—88 | 3.2а |
| ГОСТ 25336—82 | 3.2.1; 3.3; 3.4.1 |
| ГОСТ 25794.2—83 | 3.2.1 |
| ГОСТ 27025—86 | 3.2а |
| ГОСТ 27184—86 | 3.5 |

5. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.10.87 № 3922
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88).

Редактор *Н. П. Шукина*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Сдано в наб. 04.08.88 Подп. в печ. 05.10.88 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,66 уч.-изд. л.
Тир. 3 000 Цена 3 коп.

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Ляляя пер., 6. Зак. 2679