ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ ЩАВЕЛЕВО-КИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5839—77

Издание официальное

БЗ 5—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.461.2'133-41 : 006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

НАТРИЙ ЩАВЕЛЕВО-КИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents. Sodium oxalate. Specifications

ГОСТ 5839—77 *

Взамен ГОСТ 5839—68

ОКП 26 3422 0540 05

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 13 января 1977 г. № 98 срок введения установлен

с 01.07.77

Постановлением Госстандарта СССР от 27.09.91 № 1503 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на щавелево-кислый натрий, который представляет собой белый кристаллический порошок, разлагающийся при прокаливании. Растворим в воде (при 20 °С в 100 г воды растворяется 3,4 г соли) и нерастворим в спирте, эфире.

Формулы: эмпирическая $Na_2C_2O_4$

структурная



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 133,98.

Требования настоящего стандарта являются обязательными. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (август 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1981 г., июле 1986 г., сентябре 1991 г. (ИУС 1 -82, 10—86, 12—91).*

© Издательство стандартов, 1977

© Издательство стандартов, 1993

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Щавелево-кислый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям щавелево-кислый натрий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х. ч.)	чистый для анализа (ч. д. а.)	чистый (ч.)
	ОКП 26 3422 0543 02	ОКП 26 3422 0542 03	ОКП 26 3422 0541 04
1. Массовая доля натрия щавелево-кислого $Na_2C_2O_4$, %, не менее	99,5	99,5	99,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,005	0,01
3. Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	0,01	0,01	0,02
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002	0,005
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,002	0,010
6 **(Исключен, Изм. № 3)**			
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,001	0 003
9. Массовая доля калия (K), %, не более	0,005	0,005	0,020
10. pH раствора препарата с массовой долей 2,5%	6,5—8,5	6,5—8,5	6,5—8,5
11. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,0002	0,0002	Не нормируется
12. Вещества, темнеющие под действием серной кислоты	Должен выдерживать испытание по п. 3.13		

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Щавелево-кислый натрий не взрывоопасен. Раздражающе действует на кожу, слизистые оболочки и дыхательные пути.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местными отсосами. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2а.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

Массовую долю нерастворимых в воде веществ, потерь при высушивании, тяжелых металлов, калия, общего азота и веществ, темнеющих под действием серной кислоты, изготовитель определяет периодически в каждой десятой партии.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Определение массовой доли щавелево-кислого натрия

3.2.1. *Реактивы, растворы, аппаратура и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Термометр со шкалой от 0 до 100 °С.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка градуированная вместимостью 10 см³.

Цилиндр 1—10—2 и 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770—74.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,2500 г препарата помещают в колбу и растворяют в 50 см³ воды. К раствору прибавляют 8 см³ серной кислоты, нагревают до 60—70 °С, не охлаждая, титруют из бюретки раствором марганцово-кислого калия до неисчезающей розовой окраски.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю щавелево-кислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}0067 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора марганцово-кислого калия концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент поправки раствора марганцово-кислого калия концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³;

0,0067 — масса щавелево-кислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора марганцово-кислого калия концентрации точно c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 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 0,3%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа в пределах ±0,4% при доверительной вероятности P = 0,95.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Аппаратура, посуда и реактивы*

Стакан В-1—600(800) ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Чашка ЧВК по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.3.2. *Проведение анализа*

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 500 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом или чашкой и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч, затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

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

для препарата химически чистый — 1 мг;

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 для препарата квалификации химически чистый и чистый для анализа в пределах ±30 %, для препарата квалификации чистый в пределах ±20% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.4. Определение массовой доли потерь при высушивании проводят по ГОСТ 14870—77 методом высушивания в термостате. Масса навески препарата 10 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды и 12 см³ раствора азотной кислоты. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не прибавляя раствор азотной кислоты.

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

для препарата химически чистый — 0,010 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг;

для препарата чистый — 0,050 мг.

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

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1,00 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563—75) и прокаливают в муфельной печи при 500—600 °С в течение 20 мин.

Содержимое чашки охлаждают, смачивают 10 см³ воды, выпаривают на водяной бане досуха, подсушивают на песчаной бане и вторично прокаливают в муфельной печи. Операции смачивания, высушивания и прокаливания повторяют до побеления остатка.

Остаток растворяют в 15 см³ воды, переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³ с меткой на 25 см³. Раствор должен быть прозрачным и не содержать обугленных частиц. Прибавляют 1 см³ бромной воды (готовят по ГОСТ 4517—87) и нагревают до кипения.

Раствор нейтрализуют раствором соляной кислоты по лакмусовой бумаге, прибавляют ее избыток 1 см³ и кипятят до удаления брома. Раствор должен быть бесцветным. Охлаждают, доводят объем раствора водой до 25 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом.

Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт определения массы сульфатов в применяемых реактивах и при их обнаружении в результат анализа вводят поправку.

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

для препарата химически чистый — 0,02 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг;

для препарата чистый — 0,10 мг.

Допускается проводить определение визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

3.5, 3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.7. **(Исключен, Изм. № 3).**

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 6,25 г препарата квалификации химически чистый или 5,00 г препарата квалификации чистый для анализа и чистый помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80) или платиновую чашку (ГОСТ 6563—75), смачивают 5 см³ серной кислоты (ГОСТ 4204—77), нагревают на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты. Сухой остаток смачивают 2,5 см³ раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании в воде. Раствор переносят

в мерную колбу вместимостью 50 см³. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют.

Раствор сохраняют для определения массовой доли тяжелых металлов по п. 3.9.

20 см³ раствора (соответствует 2,5 г препарата квалификации химически чистый или 2 г препарата квалификации чистый для анализа и чистый) помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят сульфосалициловым методом без добавления раствора соляной кислоты.

Одновременно готовят контрольный раствор, содержащий:

2 см³ серной кислоты выпаривают досуха, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, 17 см³ воды, 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 5 см³ раствора аммиака; полученный раствор переносят количественно в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и определяют массу железа в применяемых реактивах, при их обнаружении в результат анализа вводят поправки.

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

для препарата химически чистый — 0,005 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг;

для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается определение железа заканчивать визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли примеси железа анализ заканчивают фотометрически.

3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 20 см³ раствора, полученного по п. 3.8 (соответствует 2,5 г препарата для квалификации химически чистый или 2 г препарата для квалификаций чистый для анализа и чистый), помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см³ с меткой на 25 см³, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по универсальной индикаторной бумаге до pH 7 и далее определение проводят тиоацетамидным методом визуально-колориметрически.

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт, определяя массу тяжелых металлов в реактивах, применяемых для разложения навески, и при их обнаружении в результат анализа вводят поправку.

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

для препарата химически чистый — 0,025 мг Pb;
для препарата чистый для анализа — 0,020 мг Pb;
для препарата чистый — 0,060 мг Pb,

1 см³ 4-водного винно-кислого калия-натрия, 2 см³ раствора гидроокиси натрия, 1 см³ раствора тиоацетамида.

3.8, 3.9. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.10. Определение массовой доли калия

Определение проводят по ГОСТ 26726—85. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Растворы сравнения готовят в соответствии с таблицей, используя для построения градуировочного графика пять первых растворов сравнения, предварительно прибавляя в каждый из них по 1,20 г азотно-кислого натрия (ГОСТ 4168—79, х.ч. или с установленным минимальным содержанием калия). Аналогично растворам сравнения готовят контрольный раствор без введения в него определяемого элемента. Далее, определение проводят по ГОСТ 26726—85 (способ 2).

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 в пределах ±10% при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.10.1, 3.10.2, 3.10.2.1, 3.10.2.2, 3.10.3, 3.10.4. **(Исключены, Изм. № 3)**

3.10.2.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.11. Определение pH раствора с массовой долей 2,5%

2,50 г препарата растворяют в 97,5 см³ дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72) при умеренном нагревании. Раствор охлаждают и измеряют pH раствора на иономере универсальном ЭВ-74 со стеклянным электродом.

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

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа в пределах ±0,1 pH при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.11.1—3.11.3. **(Исключены, Изм. № 2).**

3.12. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 5,00 г препарата помещают в колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82), растворяют в 150 см³ воды и далее определение проводят визуально-колориметрическим методом, используя весь отогнанный раствор.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом, в тех же условиях и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,01 мг N;

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг N;

1 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ раствора реактива Несслера.

3.13. Определение веществ, темнеющих под действием серной кислоты

Определение проводят по ГОСТ 14871—76. При этом 1,00 г препарата помещают в пробирку (П2—16—180 ТХС по ГОСТ 25336—82), предварительно обработанную при кипячении серной кислотой (ГОСТ 4204—77), прибавляют 10 см³ серной кислоты, нагревают до начала выделения паров серной кислоты и быстро охлаждают в охлаждающей бане до комнатной температуры.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски:

для препарата химически чистый и чистый для анализа раствора с показателем цветности 1 йодной шкалы;

для препарата чистый — раствора с показателем цветности 2 йодной шкалы.

3.12, 3.13. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

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—2, 2—4, 6—1, 11—1, 11—6.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

На потребительскую тару наносят надпись «Вредно. Хранить вдали от пищевых продуктов» или символ по ГОСТ 19433—88, черт. 6б.

На транспортную тару наносят манипуляционные знаки «Беречь от влаги» и дополнительно для стеклянной потребительской

тары «Хрупкое. Осторожно» по ГОСТ 14192—77 и знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6б, классификационный шифр 6163), серийный номер ООН 2449.

При транспортировании водным и автомобильным транспортом грузовые единицы с группами фасовки III—V по ГОСТ 19433—88 не маркируются и предъявляются как «опасный груз в мелкой расфасовке».

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие щавелево-кислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

Редактор Л. И. Нахимова
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в наб. 23.03.90. Подп. в печ 08.09.93. Усл. п. л. 0,70. Усл. кр отт 0,70. Уч.-изд. л. 0,67. Тир 903 экз. С 567.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 357

gost.e-ecolog.ru