МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА ЩАВЕЛЕВАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.461.2—41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КИСЛОТА ЩАВЕЛЕВАЯ

Технические условия

ГОСТ 22180—76

Reagents. Oxalic acid. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 3412 0130 03

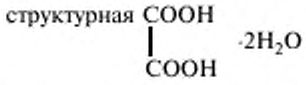
Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на щавелевую кислоту, которая представляет собой бесцветные кристаллы, растворимые в воде и спирте, является сильной органической кислотой, обладает восстановительными свойствами.

Допускается изготовление щавелевой кислоты по МС ИСО 6353/2—83 (Р. 20) (см. приложение 1) и проведение анализов по МС ИСО 6353/1—82 (см. приложение 2).

Формулы: эмпирическая $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$

структурная



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 126,06.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Щавелевая кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По химическим показателям щавелевая кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3412 0133 00	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3412 0132 01	Чистый (ч.) ОКП 26 3412 0131 02
1. Массовая доля щавелевой кислоты ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$), %, не менее	99,5	99,5	99,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005	0,010
3. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,01	0,01	0,02
4. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001	0,001	0,002
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,001	0,002	0,005
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0005	0,0010
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0002	0,0005

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Продолжение таблицы

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3412 0133 00	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3412 0132 01	Чистый (ч.) ОКП 26 3412 0131 02
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,0005	0,0005	Не нормируется
9. **(Исключен, Изм. № 2).**			
10. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010
11. Массовая доля органических примесей	Должен выдерживать испытание по п. 3.12		

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Щавелевая кислота — сильная органическая кислота, в больших количествах может вызывать раздражение слизистых оболочек пищевода, желудка, кишечника, дыхательных путей и кожных покровов.

Предельно допустимая концентрация щавелевой кислоты в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового общепользования — 0,5 мг/дм^3, лимитирующий показатель вредности — общесанитарный.

2а.2. При работе с щавелевой кислотой следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы типа «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028, защитные очки по ГОСТ 12.4.013*, резиновые перчатки по ГОСТ 20010), а также соблюдать правила личной гигиены.

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

Уборку помещений проводят влажным способом. Рассыпанный реактив собирают совком в тару с последующим уничтожением.

2а.1—2а.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2а.4. Щавелевая кислота — горючее вещество. Температура самовоспламенения в слое 518 °С. Для пылевоздушной смеси нижний концентрационный предел воспламенения — 205 г/см^3. Средствами пожаротушения являются тонкораспыленная вода, химическая и воздушно-механические пены.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю остатка после прокаливания кальция и тяжелых металлов изготовитель определяет в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов 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 реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 320 г.

3.1а, 3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2. Определение массовой доли щавелевой кислоты

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97.

Пипетка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,2500 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 30 см^3 воды. К раствору прибавляют 5 см^3 серной кислоты, нагревают до 75—80 °С и титруют в горячем состоянии раствором марганцовокислого калия до неисчезающей розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю щавелевой кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}006303 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм^3;

0,006303 — масса щавелевой кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемого, равного 0,3 %.

Абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,5 % при доверительной вероятности P = 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Стакан В (Н)-1—600 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Чаша ЧВК-1 (2)—250 по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3.2. Проведение анализа

Около 50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 400 см^3 горячей воды. Стакан накрывают чашкой или часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч, после чего раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результаты взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 150 см^3 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 — 1,0 мг;

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг;

для препарата чистый — 5,0 мг.

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

Относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата «химически чистый» ± 30 %, для препарата «чистый для анализа» ± 20 %, для препарата «чистый» ± 15 % при доверительной вероятности P = 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания

Определение проводят по ГОСТ 27184 из навески 10,00 г в фарфоровом тигле (ГОСТ 9147) или

платиновых чашке или тигле (ГОСТ 6563) с предварительным нагреванием на песчаной бане до полного улетучивания препарата.

При неполном выгорании частичек угля содержимое тигля смачивают каплями воды, высушивают на водяной бане и снова прокаливают до получения остатка белого цвета.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4.1. **(Исключен, Изм. № 1).**

3.5. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4.

При этом около 2,00 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией, растворяют в 50 см^3 горячей воды, прибавляют 20 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 20 %, 1 г сплава Деварда и далее определение проводят визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата химически чистый — 0,02 мг N;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг N;

для препарата чистый — 0,04 мг N.

1 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 20 % и 1 см^3 реактива Несслера.

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5.

При этом около 2,00 г препарата помещают в платиновую (ГОСТ 6563) или кварцевую (ГОСТ 19908) чашку, прибавляют 1—2 см^3 раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 1 %, выпаривают на водяной бане досуха, затем нагревают на электрической плитке до удаления основной массы препарата и прокаливают в муфельной печи при 600—700 °С. При неполном сгорании частичек угля остаток смачивают 1—2 каплями воды, высушивают на водяной бане и снова прокаливают до получения остатка белого цвета.

Остаток растворяют в 10 см^3 воды, прибавляют 2 см^3 раствора пероксида водорода (ГОСТ 10929), нейтрализуют раствором соляной кислоты по лакмусовой бумаге и выпаривают досуха. Остаток растворяют в 25 см^3 воды (при необходимости фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой) и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

для препарата химически чистый — 0,02 мг SO_4;

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг SO_4;

для препарата чистый — 0,10 мг SO_4,

1 см^3 раствора соляной кислоты, 3 см^3 раствора крахмала и 3 см^3 раствора хлористого бария.

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 27 см^3 воды, добавляют 15 см^3 раствора азотной кислоты (при необходимости раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %) и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом без добавления азотной кислоты (в объеме 43 см^3 вместо 40 см^3).

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

для препарата химически чистый — 0,010 мг Cl;

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Cl;

для препарата чистый — 0,020 мг Cl,

15 см^3 раствора азотной кислоты и 1 см^3 раствора азотнокислого серебра.

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555.

При этом около 2,00 г препарата взвешивают в фарфоровой чашке (ГОСТ 9147) или платиновых тигле или чашке (ГОСТ 6563) и осторожно нагревают сначала на песчаной бане, а затем

прокаливают в муфельной печи при 500—600 °С. При неполном выгорании частичек угля, содержимое тигля охлаждают, смачивают несколькими каплями воды, высушивают на водяной бане и снова прокаливают до получения остатка белого цвета. Тигель охлаждают, прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 0,5 $см^3$ азотной кислоты, 20 $см^3$ воды, нагревают до кипения, кипятят в течение 2—3 мин, охлаждают и далее определение проводят роданидным визуально-колориметрическим методом с извлечением органическим растворителем.

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

для препарата химически чистый — 0,004 мг Fe;

для препарата чистый для анализа — 0,004 мг Fe;

для препарата чистый — 0,010 мг Fe

и те же количества реактивов.

Допускается определять массовую долю железа сульфосалициловым методом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят роданидным визуально-колориметрическим методом с извлечением органическим растворителем.

3.5—3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.9. Определение массовой доли кальция

3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770.

Пробирки П-1—16—150 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 6(7)—2—5(10), 4(5)—2—1 по ГОСТ 29227.

Чашка ПЛ 115—4 по ГОСТ 6563.

Чаша 100 по ГОСТ 19908.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %.

Мурексид, раствор с массовой долей 0,05 %, годен в течение 2 сут или кальцион по ТУ 6-09-05-161, раствор с массовой долей 0,05 %, годен в течение 30 сут.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор, содержащий Са; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/$см^3$ Са.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага лакмусовая красная по ТУ 6-09-3403.

3.9.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в платиновую или кварцевую чашку и нагревают на песчаной бане до полного улетучивания препарата. Затем остаток прокаливают в муфельной печи при 500—600 °С.

При неполном сгорании частичек угля содержимое чашки охлаждают, смачивают несколькими каплями воды, высушивают на водяной бане и снова прокаливают до получения остатка белого цвета.

Чашку охлаждают, прибавляют 3 $см^3$ раствора соляной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха. Содержимое чашки смачивают 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты, растворяют в 10 $см^3$ горячей воды и количественно переносят в мерную колбу, используя горячую воду. После охлаждения объем раствора в колбе доводят водой до метки и перемешивают. Затем 2 $см^3$ раствора (соответствуют 0,4 г препарата) помещают в пробирку, прибавляют 3 $см^3$ воды, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по лакмусовой бумаге, прибавляют еще 0,5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия (pH раствора должен быть более 12) и 1 $см^3$ раствора мурексида, перемешивая содержимое пробирки после прибавления каждого реактива.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1—2 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла розовато-фиолетовая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым в тех же условиях и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,002 мг Са;

для препарата чистый для анализа — 0,002 мг Са;

0,5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и 1 $см^3$ раствора мурексида.

Примечание. Окраска раствора устойчива до 10 мин.

Допускается определять массовую долю кальция с кальционом.

При разногласиях в оценке массовой доли кальция анализ проводят с мурексидом.

3.9.1, 3.9.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.10—3.10.2. **(Исключены, Изм. № 2).**

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319.

При этом около 5,00 г препарата квалификации «химически чистый» или около 4,00 г препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» помещают в фарфоровый тигель и осторожно нагревают на песчаной бане до улетучивания препарата. Остаток дважды смачивают 1 см^3 концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане.

Полученный остаток смачивают 1 см^3 раствора соляной кислоты, смывая 15—20 см^3 горячей воды в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 30 см^3), нейтрализуют раствором аммиака по лакмусовой бумаге (при необходимости раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента»), доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят сероводородным методом.

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

для препарата химически чистый — 0,010 мг Pb;

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг Pb;

для препарата чистый — 0,040 мг Pb,

1 см^3 раствора соляной кислоты, раствор аммиака в таком же количестве, как и в анализируемом растворе, 1 см^3 уксусной кислоты, 1 см^3 уксуснокислого аммония и 10 см^3 сероводородной воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.12. Определение массовой доли органических примесей

Определение проводят по ГОСТ 14871.

При этом около 2,00 г препарата помещают в пробирку П-2Т—25 ТС (ГОСТ 25336), прибавляют 20 см^3 серной кислоты (ГОСТ 4204, х. ч., выдерживающей пробу Савалля), осторожно перемешивают и нагревают в глицериновой бане или термостате до (150 ± 5) °С и выдерживают при этой температуре в течение 30 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» не будет темнее окраски серной кислоты такого же объема, нагретой до (150 ± 5) °С и выдержанной при этой температуре в течение 30 мин.

Окраска анализируемого раствора для препарата квалификации «чистый» при наблюдении по оси пробирок на фоне молочного стекла не должна быть темнее окраски раствора сравнения трехкомпонентной цветной шкалы, содержащей 18,50 см^3 воды, 0,3 см^3 раствора хлористого кобальта, 0,65 см^3 раствора хлорного железа и 0,5 см^3 раствора сернокислой меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 2—9, 6—1, 9—1, 11—1.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

На транспортную тару наносят классификационный шифр 9153 по ГОСТ 19433.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Щавелевую кислоту 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 щавелевой кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353-2—83

РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Часть 2

Технические условия — Первая серия

Р.20 Кислота щавелевая 2-водная $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$

Молекулярная масса: 126,07

Р.20.1. Технические требования

Массовая доля щавелевой кислоты, %, не менее	99,5
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005
Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001
Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,001
Массовая доля тяжелых металлов в пересчете на свинец (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не менее	0,0002
Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более	0,01

Р.20.2. Приготовление испытуемого раствора

Р.20.2.1. Испытуемый раствор I

20 г образца растворяют в теплой воде и разбавляют до 200 $см^3$ (раствор должен быть чистым и бесцветным).

Р.20.2.2. Испытуемый раствор II

Берут 12 г образца и 1 г безводного углекислого кальция. Прибавляют 1 каплю раствора ванадата аммония с массовой долей 1 % и выпаривают несколько раз с 20 $см^3$ азотной кислоты до полного разложения вещества и прекращения выделения окислов азота. Выпаривают еще раз с 20 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и растворяют остаток в 1 $см^3$ того же раствора соляной кислоты и 24 $см^3$ воды.

Р.20.2.3. Испытуемый раствор III

Применяют процедуру, описанную в Р.20.2.2, но используют 2 г образца.

Р.20.3. Методы анализа

Р.20.3.1. Определение массовой доли щавелевой кислоты

0,25 г образца взвешивают с погрешностью 0,0001 г и растворяют в приблизительно 50 $см^3$ воды.

Подкисляют раствор серной кислотой и титруют при температуре 60—80 °С раствором марганцовокислого калия молярной концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$ до появления слабо-розовой окраски.

1,00 $см^3$ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$ соответствует 0,0063033 г щавелевой кислоты.

Р.20.3.2. Определение массовой доли хлоридов

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора I (Р.20.2.1) и применяют ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 $см^3$ хлоридного раствора сравнения II (1 $см^3 \hat{=} 0{,}0005$ % Cl). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед использованием разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют до метки в мерной колбе на 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.20.3.3. Определение массовой доли сульфатов

Берут 4 $см^3$ испытуемого раствора II (Р.20.2.2), прибавляют 14 $см^3$ воды и применяют ОМ 3*, однако испытуемый раствор II в этом случае не подкисляют.

Готовят контрольный раствор, используя 8 $см^3$ сульфатного раствора сравнения II (8 $см^3 \hat{=} 0{,}005$ SO_4) и 4 $см^3$ испытуемого раствора III (Р. 20.2.3). Сульфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед использованием разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,81 г K_2SO_4 растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе на 1000 $см^3$ и перемешивают.

* Общие методы анализа (ОМ) — по МС ИСО 6353-1—82.

Р. 20.3.4. Определение массовой доли общего азота

Разбавляют 20 $см^3$ испытуемого раствора I (Р. 20.2.1) до 100 $см^3$ водой и применяют ОМ 6*.

Готовят контрольный раствор, используя 2 $см^3$ азотсодержащего раствора сравнения II (2 $см^3$ ≙ 0,001 % N). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед использованием разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 6,67 г $NaNO_3$ растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе на 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р. 20.3.5. Определение массовой доли кальция

Определение массовой доли кальция проводят методом соответствия с ОМ 29* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	Испытательный раствор I (Р.20.2.1)	Воздух-ацетилен	422,7

Р.20.3.6. Определение массовой доли тяжелых металлов

Берут 10 $см^3$ испытуемого раствора II (Р. 20.2.2), нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % и далее применяют ОМ 7*.

Готовят контрольный раствор, используя 2 $см^3$ свинецсодержащего раствора сравнения II (2 $см^3$ ≙ ≙ 0,0005 % Pb) и 10 $см^3$ испытуемого раствора III (Р. 20.2.3). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед использованием разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,60 г $Pb(NO_3)_2$ растворяют в воде, добавляют 1 $см^3$ HNO_3, разбавляют до метки водой в мерной колбе на 100 $см^3$ и перемешивают.

Р. 20.3.7. Определение массовой доли железа

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора I (Р. 20.2.1), 2 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 10 % и 5 $см^3$ раствора аммиака.

Интенсивность желтой окраски анализируемого раствора не должна превышать интенсивность окраски контрольного раствора, приготовленного с использованием 0,4 $см^3$ железосодержащего раствора сравнения II (0,4 $см^3$ ≙ 0,0002 % Fe). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед использованием разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 8,63 г $NH_4Fe(SO_4)_2 \times 12H_2O$ растворяют в воде, добавляют 10 $см^3$ серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе на 100 $см^3$ и перемешивают.

Р. 20.3.8. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов)

Берут 10 г образца и определение проводят по ОМ 16*.

Масса остатка не должна превышать 1 мг.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353-1—82

РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Часть 1

Общие методы испытаний

5.2. Анализ хлоридов

Подкисляют указанный объем испытуемого раствора 1 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 1 $см^3$ азотнокислого серебра с массовой долей около 1,7 %. Через 2 мин опалесценцию анализируемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.3. Анализ сульфатов (ОМ 3)

Смешивают 0,25 $см^3$ раствора сернокислого калия с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте с объемной долей 30 % с 1 $см^3$ раствора дигидрата хлористого бария с массовой долей 25 % (затравочный раствор). Точно через 1 мин к этой смеси прибавляют указанный объем анализируемого раствора, который предварительно подкисляют 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %. Через 5 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

5.6. Анализ общего азота (ОМ 6)

К указанному объему испытуемого раствора, разбавленному при необходимости до 140 $см^3$ в приборе Къельдаля, состоящем из колбы Къельдаля и прибора для перегонки, прибавляют 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Через 1 ч отгоняют 75 $см^3$ реакционной смеси в градуированный цилиндр, содержащий 5,0 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Прибавляют 8 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 % и 2 $см^3$ раствора Несслера. Объем доводят до 100 $см^3$. Сравнивают коричневый цвет анализируемого раствора и раствора сравнения.

5.29. Атомная абсорбционная спектрометрия (ААС) (ОМ 29)

5.29.1. Общие указания

Испытуемый образец или его раствор всасывается в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, обеспечивающие испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активизируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. Методика

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности. Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение обычно проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляют для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация приводятся в описаниях, относящихся к определенному конкретному реактиву.

5.7. Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Pb) (ОМ 7)

Прибавляют 0,2 $см^3$ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % к указанному объему испытуемого раствора и насыщают его сероводородом или используют подходящее количество сероводородной воды.

Сравнивают коричневый цвет испытуемого раствора и раствора сравнения.

5.16. Зола в виде сульфатов в твердых продуктах (ОМ 16)

Помещают указанную навеску в подходящий тигель или посуду, предварительно нагретую в печи, отрегулированной на температуру (650 ± 50) °С в течение 15 мин, охлажденную и взвешенную с точностью до 0,1 мг. Нагревают, медленно поднимая температуру до тех пор, пока навеска не улетучится полностью или не обуглится, избегая возгорания органических продуктов. Охлаждают, прибавляют 0,25 $см^3$ раствора серной кислоты к остатку и продолжают слабое нагревание до полного исчезновения паров серной кислоты. Затем нагревают посуду и остаток в печи, отрегулированной на температуру (650 ± 50) °С, в течение 15 мин (если не оговорено иначе), охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Примечание. Может оказаться более удобным испарять и обугливать большие навески несколькими последовательными партиями.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29.09.76 № 2243**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 5.1173—71**

4. **Стандарт предусматривает прямое применение раздела 20 (Р.20) международного стандарта ИСО 6353-2—83 «Реактивы для химического анализа. Часть 2: Технические условия — Первая серия», ИСО 6353-1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.4.013—85	2а.2	ГОСТ 10929—76	3.6.2
ГОСТ 12.4.028—76	2а.2	ГОСТ 14871—76	3.12
ГОСТ 83—79	3.6	ГОСТ 17319—76	3.11
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.9.1	ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 3118—77	3.9.1	ГОСТ 19908—90	3.6, 3.9.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 20010—93	2а.2
ГОСТ 4204—77	3.2.1, 3.12	ГОСТ 20490—75	3.2.1
ГОСТ 4212—76	3.9.1	ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.9.1, 3.12
ГОСТ 4328—77	3.9.1	ГОСТ 25794.1—83	3.9.1
ГОСТ 6563—75	3.4, 3.6, 3.8, 3.9.1	ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.3.1, 3.9.1	ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 9147—80	3.4, 3.8	ГОСТ 27184—86	3.4
ГОСТ 10555—75	3.8	ГОСТ 29227—91	3.2.1, 3.9.1
ГОСТ 10671.4—74	3.5	ГОСТ 29251—91	3.2.1
ГОСТ 10671.5—74	3.6.2	ТУ 6-09-05-161—88	3.9.1
ГОСТ 10671.7—74	3.7	ТУ 6-09-3403—78	3.9.1

6. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.09.91 № 1499**

7. **ИЗДАНИЕ (февраль 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1986 г., сентябре 1991 г. (ИУС 4—87, 12—91)**

Редактор *М.А. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 24.02.2004. Подписано в печать 22.03.2004. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 190 экз. С 1206. Зак. 318.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный 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

gost.e-ecolog.ru