

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ ЩАВЕЛЕВОКИСЛЫЙ 1-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5712—78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

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

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

(ИУС № 11 1991 г.)

УДК 547.461.2 : 139—41 : 006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

АММОНИЙ ЩАВЕЛЕВОКИСЛЫЙ 1-ВОДНЫЙ

Технические условия

Reagents. 1-aqueous ammonium oxalate. Specifications

ГОСТ 5712—78

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.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1988

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 щавелевокислого аммония ($C_2H_8N_2O_4 \cdot H_2O$), %, 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 прокаливания 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 ($1/5\ KMnO_4$) = 0,1 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 см^3 воды. К раствору прибавляют 20 см^3 раствора серной кислоты, нагревают до 75—80°С и титруют в горячем состоянии раствором марганцовокислого калия до появления неисчезающей 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/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

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

0,007105 — масса 1-водного щавелевокислого аммония, 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 расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %, при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3. Определение pH 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 pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 pH.

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

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа ±0,1 pH 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°С 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. визуально-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 $см^3$ раствора углекислого натрия и выпаривают досуха сначала на водяной бане, затем на песчаной и прокаливают в муфельной печи при 600—700 °С до побеления остатка, обрабатывая его в процессе прокаливания 1—2 $см^3$ воды не менее 3—4 раз.

Прокаленный остаток охлаждают и растворяют в 10 $см^3$ воды, переносят в коническую колбу или стакан вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 1 $см^3$ раствора перекиси водорода и кипятят в течение 5 мин. Затем приливают 2 $см^3$ раствора соляной кислоты и выпаривают досуха.

Остаток растворяют в 10 $см^3$ горячей воды. При необходимости раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой.

При необходимости раствор нейтрализуют по *п*-нитрофенолу раствором аммиака с массовой долей 10 %, доводят объем раствора водой до 25 $см^3$.

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 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ 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 $см^3$ раствора хлористого натрия, 1 $см^3$ раствора индигокармина и 12 $см^3$ 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-

каливают в муфельной печи при 500°С 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 прокаливают в муфельной печи при температуре не выше 500°С 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 тиоацетамидным 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 см^3 полученного раствора (соответствуют 5 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 50 см^3).

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 —0,01мг,
для препарата чистый для анализа —0,01мг,
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 см^3 воды. Далее определение проводят визуальным методом с применением бромно-ртутной бумаги в соляпокислой или сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумажки от анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски бромнортутной бумажки 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 упаковывают 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: «Боится 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 3885—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. Щукина*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Сдано в наб. 04.08.88 Подп. в печ. 06.10.88 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,66 уч.-изд. л. Тир. 2 000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

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