

Изменение № 1 ГОСТ 5712—78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.10.87 № 3922

Дата введения 01.04.88

Наименование стандарта после слова «щавелевокислый» дополнить словом: «1-водный», «1-aqueous»;

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 3422 0040 09.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

Вводную часть, пункты 1.1, 1.2, 6.1 перед словами «щавелевокислый аммоний» дополнить словом: «1-водный».

Вводную часть дополнить абзацем (после первого): «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества»;

второй абзац изложить в новой редакции:

«Формулы:

эмпирическая $C_2H_8N_2O_4 \cdot H_2O$;

последний абзац исключить.

Пункт 1.2. Головку таблицы дополнить кодами: для химически чистого (х. ч.) — ОКП 26 3422 0043 06; для чистого для анализа (ч. д. а.) — ОКП 26 3422 0042 07; для чистого (ч) — ОКП 26 3422 0041 08;

графа «Наименование показателя». Пункты 1, 2, 4, 9 изложить в новой редакции:

«1. Массовая доля 1-водного щавелевокислого аммония ($C_2H_8N_2O_4 \cdot H_2O$), %, не менее

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

4. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более

9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более»;

графа «Чистый (ч)». Пункт 3. Заменить значение: 0,010 на «Не нормируется»;

пункт 6. Заменить значение: 0,010 на 0,020.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю нерастворимых в воде веществ, нитратов, фосфатов, тяжелых металлов и мышьяка изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2а (перед п. 3.2):

«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—80 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 2000 г.

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

Пункт 3.2 после слов «массовой доли» дополнить словом: «1-водного».

(Продолжение см. с. 250)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5712—78)

Пункт 3.2.1. Наименование изложить в новой редакции: «Реактивы, растворы и посуда»;

второй абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83»;

третий абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

дополнить абзацами:

«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».

Пункт 3.2.2. Заменить слова: «Около 0,3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «Около 0,3000 г препарата»; исключить слова: «вместимостью 250 мл».

Пункт 3.2.3 после слов «Массовую долю» дополнить словом: «1-водного»; формулу и экспликацию изложить в новой редакции:

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

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 шавелевокислого аммония, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,2 %, при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции:

«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 значения допускаемого расхождения, равного 0,15 рН.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,1$ рН при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 251)

«Тигель ТФ-40-ПОР 10(16) ХС по ГОСТ 25336—82»;

дополнить абзацами:

«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».

Пункт 3.4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «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)»;

исключить слова: «для препарата чистый — 5,0 мг»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает значений допустимого расхождения, указанных в табл. 2.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ также указаны в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	Допускаемое расхождение d , отн. %	Пределы допускаемого значения суммарной погрешности Δ , отн. %
0,003	17	± 23
0,005	11	± 10

Пункт 3.5 изложить в новой редакции: «3.5. Определение массовой доли остатка после прокаливании 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».

Пункт 3.6. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции:

«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»; последний абзац. Исключить слова: «(способ 2)».

Пункт 3.7.1 изложить в новой редакции:

«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 %».

Пункт 3.7.2. Первый—четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«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

(Продолжение см. с. 252)

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.

Пункт 3.8. Первый абзац. Заменить слова: «2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 2,00 г препарата».

Пункт 3.9. Первый абзац. Заменить слова: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 5,00 г препарата»; «плотный беззольный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента»;

дополнить абзацами: «Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов определение заканчивают фотометрически».

Пункт 3.10. Наименование. Исключить слова: «сероводородной группы»;

первый абзац. Заменить слова: «10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 10,00 г препарата»; исключить слово: «кипящей»; заменить слова: «10 %-ым раствором аммиака» на «раствором аммиака с массовой долей 10 %».

Пункт 3.11. Первый абзац перед словом «К остатку» дополнить словами: «При этом»;

последний абзац. Заменить слово: «проводят» на «заканчивают».

Пункт 3.12. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «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 бромнортушной бумаги в солянокислой или сернокислой среде»;

последний абзац. Заменить слова: «10 мл 25 %-ного раствора соляной кислоты, 0,5 мл 10 %-ного раствора двуххлористого олова и 5 г цинка» на «и соответствующие количества реактивов, указанные в ГОСТ 10485—75»;

дополнить абзацем: «При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка определение проводят в сернокислой среде».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 6—1, 11—1»;

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

заменить ссылку: ГОСТ 3885—75 на ГОСТ 3885—73.

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«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».

Пункт 6.2 изложить в новой редакции: «6.2. При работе с 1-водным щавелевокислым аммонием следует применять средства индивидуальной защиты».

Пункт 6.3 после слов «проводятся работы с» дополнить словом: «1-водным»; исключить слово: «механической».

(ИУС № 1 1988 г.)