ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ ЩАВЕЛЕВОКИСЛЫЙ 1-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5868—78

Издание официальное

БЗ 1—98/293

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 547.461.2'132-41:006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КАЛИЙ ЩАВЕЛЕВОКИСЛЫЙ 1-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 5868—78

Reagents. Potassium oxalate, 1-aqueous.
Specifications

ОКСТУ 26 3422 0310 06

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на 1-водный щавелевокислый калий, который представляет собой бесцветные кристаллы, растворимые в воде.

Формулы: эмпирическая $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$;

структурная $\begin{matrix} COOK \\ | \\ COOK \end{matrix} \cdot H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 184,21.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 1-водный щавелевокислый калий 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 калий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3422 0313 03	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3422 0312 04	Чистый (ч.) ОКП 26 3422 0311 05
1. Массовая доля 1-водного щавелевокислого калия ($K_2C_2O_4 \cdot H_2O$), %, не менее	99,8	99,8	99,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005	0,020
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0010	0,0050
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,010	0,030
5. **(Исключен, Изм. № 1).**			
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010

Издание официальное
★

Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3422 0313 03	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3422 0312 04	Чистый (ч.) ОКП 26 3422 0311 05
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010
8. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,02	0,02	0,06
9. Массовая доля кислот в пересчете на HC_2O_4, %, не более	0,010	0,025	0,050
10, 11. **(Исключены, Изм. № 1).**			

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовые доли нерастворимых в воде веществ, тяжелых металлов, сульфатов и кислот в пересчете на HC_2O_4 изготовитель определяет периодически в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

Допускается применение импортной калиброванной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 280 г.

3.2. Определение массовой доли 1-водного щавелевокислого калия

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,1 см^3.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 10 см^3.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Термометр по ГОСТ 28498.

Цилиндр 1(3)—50(100) или мензурка 50(100) по ГОСТ 1770.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная без кислорода, готовят по ГОСТ 4517.

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.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 50 см^3 воды. К раствору прибавляют 10 см^3 серной кислоты, нагревают до 60—70 °С и титруют из бюретки, не охлаждая, раствором марганцовокислого калия до неисчезающей розовой окраски.

3.2.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}009211 \cdot 100}{m},$$

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;

0,009211 — масса 1-водного щавелевокислого калия, соответствующая 1 см^3 раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм^3;

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 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Шкаф сушильный СНОЛ или аналогичного типа.

Стаканчик В-2—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770.

Чаша ЧВК-1(2)—250 по ГОСТ 25336.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 150 см^3 воды. Стакан накрывают чашкой (или часовым стеклом) и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч, затем фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 100 см^3 воды температурой 75—85 °С 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 — 1,5 мг;
- для препарата чистый для анализа — 2,5 мг;
- для препарата чистый — 10 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 % для препаратов химически чистый и чистый для анализа и 20 % для препарата чистый.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % для препарата химически чистый, ±20 % для препарата чистый для анализа и ±10 % для препарата чистый при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.4. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 30 см^3 теплой воды, охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см^3) или визуально-нефелометрическим методом без добавления азотной кислоты.

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 — 0,10 мг.

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

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 0,50 г препарата квалификации химически чистый и чистый для анализа или 0,25 г препарата квалификации чистый помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563) и прокаливают в муфельной печи при 500—600 °С в течение 30—35 мин.

Содержимое чашки охлаждают, смачивают 10 см^3 воды, выпаривают на водяной бане досуха, подсушивают на песчаной бане и вторично прокаливают в муфельной печи. Операции смачивания, высушивания и прокаливания повторяют до получения белого остатка.

Остаток растворяют в 15 см^3 воды, переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 25 см^3). Раствор должен быть прозрачным и не содержать обугленных частиц, в противном случае повторяют операции высушивания и прокаливания. Прибавляют 0,5 см^3 бромной воды (готовят по ГОСТ 4517) и нагревают до кипения.

Раствор охлаждают и нейтрализуют раствором соляной кислоты по лакмусовой бумаге, прибавляют 1 см^3 избытка раствора соляной кислоты и кипятят до обесцвечивания раствора. Затем охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

В результат анализа вносят поправку на массу сульфатов в применяемых реактивах, определяемую контрольным опытом.

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

- для препарата химически чистый — 0,025 мг;
- для препарата чистый для анализа — 0,050 мг;
- для препарата чистый — 0,075 мг.

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

3.3.1—3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.6. **(Исключен, Изм. № 1).**

3.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 4,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147), смачивают 5 см^3 серной кислоты (ГОСТ 4204) и нагревают на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты. Сухой остаток смачивают 1 см^3 раствора соляной кислоты, прибавляют 20 см^3 воды и растворяют при нагревании. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и далее определение проводят сульфосалициловым методом без добавления раствора соляной кислоты.

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси железа в результат анализа вносят поправку.

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

- для препарата химически чистый — 0,008 мг;
- для препарата чистый для анализа — 0,020 мг;
- для препарата чистый — 0,040 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Допускается определение проводить α,α'-дипиридиловым методом после растворения сухого остатка в растворе азотной кислоты.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят фотометрически сульфосалициловым методом.

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 5,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147), прибавляют 8 см^3 азотной кислоты (ГОСТ 4461), нагревают на песчаной бане и выпаривают досуха. Затем охлаждают, прибавляют еще 8 см^3 азотной кислоты, вновь нагревают и выпаривают досуха.

Содержимое чашки охлаждают, растворяют в 20 см^3 теплой воды и далее определение проводят тиоацетамидным методом фотометрически или визуально-колориметрически.

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

- для препарата химически чистый — 0,010 мг;
- для препарата чистый для анализа — 0,025 мг;
- для препарата чистый — 0,050 мг.

Одновременно проводят контрольный опыт на содержание тяжелых металлов в применяемом объеме азотной кислоты. При обнаружении примеси тяжелых металлов в результат анализа вносят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрическим методом.

3.7, 3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.9. Определение массовой доли натрия

3.9.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети.

Горелка.

Распылитель.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 10, 20 или 25 см^3.

Цилиндр 3(1)—25 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Раствор, содержащий Na, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий 0,1 мг/см^3 Na (раствор А).

Калий щавелевокислый 1-водный по настоящему стандарту с минимальным содержанием примесей или раствор с массовой долей 5 % (раствор Б).

Все исходные растворы, растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде не более 2 мес.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9.2. *Подготовка к анализу*

3.9.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

1,00 г препарата помещают в мерную колбу растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В шесть мерных колб помещают по 20 см^3 раствора Б и указанные в табл. 2 объемы раствора А.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см^3	Масса натрия в 100 см^3 раствора сравнения, мг	Массовая доля натрия в пересчете на препарат, %	Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см^3	Масса натрия в 100 см^3 раствора сравнения, мг	Массовая доля натрия в пересчете на препарат, %
1	—	—	—	4	4	0,4	0,04
2	1	0,1	0,01	5	6	0,6	0,06
3	2	0,2	0,02	6	8	0,8	0,08

Затем растворы перемешивают, доводят их объемы водой до метки и опять тщательно перемешивают.

3.9.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Для фотометрирования используют резонансные линии натрия 589,0—589,6 нм.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей примеси натрия.

Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальных массовых долей натрия. После этого вычисляют среднее арифметическое значение показаний для

каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения.

3.9.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, на оси абсцисс — массовую долю примеси натрия в процентах в пересчете на препарат.

Массовую долю примеси натрия в процентах находят по графику.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.10. Определение массовой доли кислот в пересчете на HC_2O_4

3.10.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,02 моль/дм^3 (0,02 н.) свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 25794.1 соответствующим разбавлением раствора концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) и раствор с массовой долей 10 %.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Бюретка вместимостью 5 см^3.

Колба Кн-2—250—29/32 по ГОСТ 25336.

Стакан В-2—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770.

3.10.2. *Проведение анализа*

4,00 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 150 см^3 воды. Раствор кипятят в течение 5 мин, а затем колбу закрывают пробкой с вставленной в нее стеклянной трубкой, соединенной через защитную колбу с колбой, заполненной раствором гидроокиси натрия с массовой долей 10 %.

После охлаждения раствора до комнатной температуры его переносят в стакан и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,02 моль/дм^3 до pH 8, измеряя pH раствора в процессе титрования на универсальном иономере со стеклянным электродом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если на титрование будет израсходовано не более:

- для препарата химически чистый — 0,2 см^3;
- для препарата чистый для анализа — 0,5 см^3;
- для препарата чистый — 1,0 см^3 раствора гидроокиси натрия.

1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,02 моль/дм^3 соответствует 0,00178 г HC_2O_4.

В результат анализа вносят поправку на объем щелочи, израсходованный на доведение pH воды до 8.

Допускается проводить определение с индикатором — фенолфталеином.

При разногласиях в оценке массовой доли кислот анализ проводят потенциометрическим методом.

3.9.2.1—3.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.11, 3.12. **(Исключены, 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—2, 2—4, 2—9, 6—1 и 11—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI и VII.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153, черт. 9), манипуляционные знаки «Беречь от влаги» и дополнительно для стеклянной тары «Хрупкое. Осторожно», «Верх» по ГОСТ 14192.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 1-водного щавелевокислого калия 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. № 1).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 1-водный щавелевокислый калий действует раздражающе на кожу и слизистые оболочки.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводят работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местными отсосами. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г. В. Грязнов, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, В. И. Смородинская, Т. К. Палдина, Л. В. Кидиярова, О. С. Рыженкова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19.08.78 № 1942

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5868—68

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	3.2.1; 3.3.1; 3.9.1; 3.10.1	ГОСТ 10671.7—74	3.4
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1	ГОСТ 14192—96	4.1
ГОСТ 4204—77	3.2.1; 3.7	ГОСТ 14919—83	3.2.1
ГОСТ 4212—76	3.9.1	ГОСТ 17319—76	3.8
ГОСТ 4328—77	3.10.1	ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 4461—77	3.8	ГОСТ 20490—75	3.2.1
ГОСТ 4517—87	3.2.1; 3.5; 3.10.1	ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 6563—75	3.5	ГОСТ 25336—82	3.2.1; 3.3.1; 3.10.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1; 3.9.1	ГОСТ 25794.1—83	3.10.1
ГОСТ 9147—80	3.7; 3.8	ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
ГОСТ 10555—75	3.7	ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 10671.5—74	3.5	ГОСТ 28498—90	3.2.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 12—88)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.Я. Митрофанова*
Компьютерная верстка *Т. Ф. Кузнецовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 14.08.98. Подписано в печать 24.09.98. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,82.
Тираж 154 экз. С 1125. Зак. 1583.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138