Изменение № 2 ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 25.09.91 № 1499

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции: «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)»;

четвертый абзац. Заменить слово и дату: «Молекулярная» на «Относительная молекулярная», 1971 на 1985;

дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Пункт 1.1. Первый абзац. Исключить слова: «требованиям и »;

таблица. Графа «Наименование показателя». Показатель 1. Заменить слова: «не более» на «не менее»;

показатель 4 изложить в новой редакции: «4. Массовая доля общего азота (N), %, не более»; показатель 9 исключить;

графа «Норма». Для показателя 1 заменить значения: 99,9 на 99,5 (2 раза); 99,6 на 99,5.

Пункт 2а.1 дополнить абзацем: «Предельно допустимая концентрация щавелевой кислоты в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового общепользования — 0,5 мг/дм^3, лимитирующий показатель вредности — общесанитарный».

Пункт 2а.2 изложить в новой редакции: «2а.2. При работе с щавелевой кислотой следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы типа «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028—76, защитные очки по ГОСТ 12.4.013—85, резиновые перчатки по ГОСТ 20010—74), а также соблюдать правила личной гигиены».

Пункт 2а.3. Заменить слова: «общей приточно-вытяжной вентиляцией» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией»;

дополнить абзацем: «Уборку помещений проводят влажным способом. Рассыпанный реактив собирают совком в тару с последующим уничтожением».

Раздел 2а дополнить пунктом — 2а.4: «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».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю остатка после прокаливания кальция и тяжелых металлов изготовитель определяет в каждой 20-й партии».

Пункт 3.1*а* дополнить абзацами: «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».

Пункт 3.1. Заменить слова: «не должна быть менее 640 г» на «должна быть не менее 320 г».

Пункт 3.2.1. Наименование изложить в новой редакции:

«3.2.1. *Реактивы, растворы и посуда*»;

(Продолжение см. с. 106)

первый абзац исключить;

четвертый абзац. Заменить обозначение: 6—2—5 на 6(7)—2—5(10);

пятый абзац. Заменить обозначение: 1—50 на 1(3)—50—2.

Пункт 3.2.3. Формулу и экспликацию изложить в новой редакции:

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

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»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемого, равного 0,3 %»;

дополнить абзацем: «Абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5 % при доверительной вероятности $P=0{,}95$».

Пункт 3.3.1. Первый, второй абзацы исключить;

третий абзац. Заменить обозначение: В-1—600 ТХС на В(Н)-1—600 ТХС;

дополнить абзацем:

«Чаша ЧВК-1(2)—250 по ГОСТ 25336—82».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «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)»;

дополнить абзацами: «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 $P=0{,}95$».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить слова: «фарфоровом или платиновом» на «фарфоровом тигле (ГОСТ 9147—80) или платиновых чашке или тигле (ГОСТ 6563—75)».

Пункт 3.5. Второй абзац. Заменить слова: «прибора для отгонки аммиака» на «прибора для отделения аммиака дистилляцией».

Пункт 3.6.2. Второй абзац. Заменить слова: «в платиновую или кварцевую чашку» на «в платиновую (ГОСТ 6563—75) или кварцевую (ГОСТ 19908—90) чашку»;

третий абзац. Заменить слова: «перекиси водорода» на «пероксида водорода», «плотный беззольный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синя лента».

Пункт 3.7. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции:

«Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74 визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

(Продолжение см. с. 107)

При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 27 см³ воды, добавляют 15 см³ 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 см³ вместо 40 см³)»;

четвертый, пятый абзацы. Заменить значение: 0,01 на 0,010;

шестой абзац. Заменить значение: 0,02 на 0,020.

Пункт 3.8. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом около 2,00 г препарата взвешивают в фарфоровой чашке (ГОСТ 9147—80) или платиновых тигле или чашке (ГОСТ 6563—75) 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 см³ раствора соляной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 0,5 см³ азотной кислоты, 20 см³ воды, нагревают до кипения, кипятят в течение 2—3 мин, охлаждают и далее определение проводят роданидным визуально-колориметрическим методом с извлечением органическим растворителем»;

последний абзац изложить в новой редакции: «При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят роданидным визуально-колориметрическим методом с извлечением органическим растворителем».

Пункт 3.9.1. Первый абзац исключить;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Пипетки 6(7)—2—5(10), 4(5)—2—1 по ГОСТ 20292—74»;

восьмой абзац. Заменить слово: «кальцион» на «кальцион по ТУ 6—09—05——161—88»;

десятый абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Са»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Бумага лакмусовая красная по ТУ 6—09—3403—78».

Пункт 3.9.2. Третий абзац изложить в новой редакции: «Чашку охлаждают, прибавляют 3 см³ раствора соляной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха. Содержимое чашки смачивают 0,5 см³ раствора соляной кислоты, растворяют в 10 см³ 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 см³ раствора (соответствуют 0,4 г препарата) помещают в пробирку, прибавляют 3 см³ воды, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по лакмусовой бумаге, прибавляют еще 0,5 см³ раствора гидроокиси натрия (pH раствора должен быть более 12) и 1 см³ раствора мурексида, перемешивая содержимое пробирки после прибавления каждого реактива».

Пункты 3.10, 3.10.1, 3.10.2 исключить.

Пункт 3.11. Второй абзац до слов «и осторожно» изложить в новой редакции: «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»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Полученный остаток смачивают 1 см³ раствора соляной кислоты, смывая 15—20 см³ горячей воды в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 30 см³), 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»;

пятый абзац. Заменить значение: 0,008 на 0,010.

Пункт 4.1 дополнить абзацем: «На транспортную тару наносят классификационный шифр 9153 по ГОСТ 19433—88».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

(Продолжение см. с. 108)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22180—76)

«ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

МС 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 щавельной кислоты, %, не менее	99,5
Массовая доля хлориды (Cl), %, не более	0,0005
Массовая доля сульфаты (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 см³ (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 см³ азотной кислоты до полного разложения вещества и прекращения выделения окислов азота. Выпаривают еще раз с 20 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и растворяют остаток в 1 см³ того же раствора соляной кислоты и 24 см³ 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 см³ 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/дм³ до появления слабо-розовой окраски.

1,00 см³ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³ соответствует 0,0063033 г щавелевой кислоты.

Р.20.3.2. Определение массовой доли хлоридов

Берут 20 см³ испытуемого раствора I (Р.20.2.1) и применяют ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см³ хлоридного раствора сравнения II (1 см³ ≙ 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 см³ и перемешивают.

Р.20.3.3. Определение массовой доли сульфатов

Берут 4 см³ испытуемого раствора II (Р.20.2.2), прибавляют 14 см³ воды и применяют ОМ 3*, однако испытуемый раствор II в этом случае не подкисляют.

---

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

(Продолжение см. с. 109)

Готовят контрольный раствор, используя 8 см³ сульфатного раствора сравнения II (8 см³ ≙ 0,005 SO_4) и 4 см³ 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 см³ и перемешивают.

Р. 20.3.4. Определение массовой доли общего азота

Разбавляют 20 см³ испытуемого раствора I (Р. 20.2.1) до 100 см³ водой и применяют ОМ 6*.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см³ азотсодержащего раствора сравнения II (2 см³ ≙ 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 см³ 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 см³ испытуемого раствора II (Р. 20.2.2), нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % и далее применяют ОМ 7*.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см³ свинецсодержащего раствора сравнения II (2 см³ ≙ 0,0005 % Pb) и 10 см³ 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 см³ HNO_3, разбавляют до метки водой в мерной колбе на 100 см³ и перемешивают.

Р. 20.3.7. Определение массовой доли железа

Берут 20 см³ испытуемого раствора I (Р. 20.2.1), 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 10 % и 5 см³ раствора аммиака.

Интенсивность желтой окраски анализируемого раствора не должна превышать интенсивность окраски контрольного раствора, приготовленного с использованием 0,4 см³ железосодержащего раствора сравнения II (0,4 см³ ≙ 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 см³ серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе на 100 см³ 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.

(Продолжение см. с. 110)

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

МС ИСО 6353/1—82 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. Часть 1. Общие методы испытаний»

5.2. Анализ хлоридов

Подкисляют указанный объем испытуемого раствора 1 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 1 см³ 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 см³ раствора сернокислого калия с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте с объемной долей 30 % с 1 см³ 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 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %. Через 5 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.6. Анализ общего азота (ОМ 6)

К указанному объему испытуемого раствора, разбавленному при необходимости до 140 см³ в приборе Къельдаля, состоящем из колбы Къельдаля и прибора для перегонки, прибавляют 5 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Через 1 ч отгоняют 75 см³ реакционной смеси в градуированный цилиндр, содержащий 5,0 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Прибавляют 8 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 % и 2 см³ раствора Несслера. Объем доводят до 100 см³. 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.

(Продолжение см. с. 111)

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 см³ 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 тече-

(Продолжение см. с. 112)

ние 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».

(ИУС № 12 1991 г.)