

ГОСТ 4461-77

Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕАКТИВЫ
КИСЛОТА АЗОТНАЯ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
REAGENTS. NITRIC ACID. SPECIFICATIONS

МКС 71.040.30
ОКП 26 1211 0010 01

Дата введения 1979-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.12.77 N 2995
3. ВЗАМЕН ГОСТ 4461-67
4. Стандарт содержит все требования СТ СЭВ 3855-82
5. В стандарт введен международный стандарт ИСО 6353-2-83* (Р .19) в части квалификации х.ч.

* Доступ к международным и зарубежным документам, упомянутым в тексте, можно получить, обратившись в Службу поддержки пользователей. - Примечание изготовителя базы данных.

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005-88	2а.4
ГОСТ 83-79	3.5, 3.6
ГОСТ 1770-74	3.2.1
ГОСТ 3885-73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4328-77	3.2.1
ГОСТ 4517-87	3.2.1
ГОСТ 4919.1-77	3.2.1, 3.11
ГОСТ 10485-75	3.10.1, 3.10.2

ГОСТ 10555-75	3.8.1, 3.8.2
ГОСТ 10671.5-74	3.5
ГОСТ 10671.6-74	3.6
ГОСТ 10671.7-74	3.7
ГОСТ 14192-96	4.5
ГОСТ 17319-76	3.11
ГОСТ 18300-87	3.2.1
ГОСТ 18995.1-73	3.3
ГОСТ 19433-88	4.5
ГОСТ 25336-82	3.2.1
ГОСТ 25794.1-83	3.2.1
ГОСТ 27025-86	3.1a
ГОСТ 27184-86	3.4

7. Ограничение срока действия снято по протоколу N 7-95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-95)

8. ИЗДАНИЕ (ноябрь 2005 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., июне 1990 г. (ИУС 3-84, 10-90)

ВНЕСЕНА поправка, опубликованная в ИУС N 9, 2018 год

Поправка внесена изготовителем базы данных

Настоящий стандарт распространяется на реактив - азотную кислоту, представляющую собой бесцветную или слегка желтоватую прозрачную жидкость с характерным удушливым запахом. При хранении увеличивается содержание окислов азота, в результате чего цвет азотной кислоты меняется на слабо-желтовато-коричневый.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3855-82.

Формула HNO_3 .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 63,01.

Плотность азотной кислоты с массовой долей 65% при 20°C - 1,4 г/см³,

плотность азотной кислоты с массовой долей 56% при 20°C - 1,35 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. (Исключен, Изм. N 2).

1.3. По химическим показателям азотная кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х.ч.) ОКП 26 1211 0013 09	чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1211 0012 10	чистый (ч.) ОКП 26 1211 0011 00
1. Массовая доля азотной кислоты, (HNO ₃), %, не менее:			
концентрированной	65	65	65
разбавленной	(56)	(56)	(56)
2. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,0005 (0,001)	0,0005 (0,003)	0,005
3. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более	0,0001	0,0002 (0,0005)	0,0020
4. Массовая доля фосфатов (PO ₄), %, не более	0,00002	0,00005	0,00200
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,00003	0,00010	0,00050
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,00002	0,00010	0,00030
7. (Исключен, Изм. N 2).			
8. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,000001	0,000001	0,000003
9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,00002	0,00002	0,00002

Примечание. Азотную кислоту с нормами, указанными в скобках, допускается выпускать до 1 января 1996 г.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

2А. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. При непосредственном контакте с кожей азотная кислота вызывает ожоги. Дым, содержащий азотную кислоту, раздражает дыхательные пути, вызывает разрушение зубов, конъюнктивиты.

2а.2. При работе с препаратом необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки, спецодежда), а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.3. Все рабочие помещения должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2а.4. Предельно допустимая концентрация азотной кислоты и ее паров в воздухе рабочей зоны - 2 мг/м^3 (в пересчете на диоксид азота). Класс опасности 3 в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

Разд.2а. (Введен дополнительно, Изм. N 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

Определение мышьяка и тяжелых металлов периодически, в сроки, согласованные потребителем.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяются лабораторные весы общего назначения ВЛР-200, ВЛКТ-500г-М, ВЛЭ-200г. Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 3 кг. Для анализа азотную кислоту отбирают безопасной пипеткой или мерным цилиндром с погрешностью не более 1% по объему.

Отбор пробы из цистерны осуществляется путем медленного погружения пробоотборника на всю глубину цистерны.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.2. Определение массовой доли азотной кислоты

3.2.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоту; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH})=0,5 \text{ моль/дм}^3$ (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Смешанный индикатор (метиленовый голубой и метиловый красный); готовят по ГОСТ 4919.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Колба Кн-1(2)-250-19/26 (24/29) ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)-50 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1 (2)-2-50-0,1 по НТД.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.2.2. Проведение анализа

Около 1,4000 г препарата взвешивают в пипетке Лунге, помещают в коническую колбу, содержащую 50 см³ воды, и тщательно перемешивают. Добавляют 0,2 см³ раствора смешанного индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода фиолетово-красной окраски в зеленую.

Допускается взвешивание препарата в колбе, содержащей 50 см³ воды (по разности), или в ампуле.

3.2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot 0,03150 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно $c(\text{NaOH})=0,5$ моль/дм³ (0,5 н.), израсходованный на титрование, см³;

m - масса навески препарата, г;

0,03150 - масса азотной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно $c(\text{NaOH})=0,5$ моль/дм³ (0,5 н.), 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 $\pm 0,4\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.2.2, 3.2.3. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.3. Плотность определяют по ГОСТ 18995.1 ареометром.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов) проводят по ГОСТ 27184 из навески 200,0 г (143 см³) при норме 0,0005% или 100,0 г (72 см³) при норме 0,001, 0,003 и 0,005%.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 25 г (18,0 см³) препарата квалификации х.ч. или 20 г (14,3 см³) препарата квалификации ч.д.а., или 2,5 г (1,8 см³) препарата квалификации чистый помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 1 см³ раствора углекислого натрия (по ГОСТ 83) с массовой долей 2%, прибавляют 1 см³ 2%-ного раствора безводного углекислого натрия (ГОСТ 83) и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой досуха. Затем прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 25 см³ воды и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

для препарата химически чистый - 0,025 мг SO₄,

для препарата чистый для анализа - 0,04 мг SO₄ (0,10 мг SO₄)*,

* Значение, указанное в скобках, установлено для нормы, действующей до 01.01.96.

для препарата чистый - 0,05 мг SO₄,

1 см³ раствора углекислого натрия, 1 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора крахмала и 3 см³ раствора хлористого бария.

Одновременно в тех же условиях с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси сульфатов в результат анализа вносят поправку.

3.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6. При этом 50 мг (36,0 см³) препарата квалификации х.ч. и ч.д.а., или 2,5 мг (1,8 см³) препарата квалификации чистый помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 1 см³ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 10% и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой досуха. Остаток растворяют в 15 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ 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 - 0,01 мг;

для препарата чистый для анализа - 0,025 мг;

для препарата чистый - 0,05 мг.

Допускается проводить определение по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой по ГОСТ 10671.6 из навески 20 г.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 21,0 г (15,6 см³) препарата квалификации х.ч. или 11,0 г (7,8 см³) квалификации ч.д.а. и ч. помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора до 20 см³ и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (по способу 1), не прибавляя к анализируемому раствору раствор азотной кислоты.

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

для препарата химически чистый - 0,006 мг Cl,

для препарата чистый для анализа - 0,010 мг Cl,

для препарата чистый - 0,050 мг Cl,

1 г (0,7 см³) анализируемой кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

Допускается проводить определение для азотной кислоты квалификации "чистый" фототурбидиметрическим методом.

При разногласиях в оценке содержания хлоридов определение проводят визуально-нефелометрическим методом.
3.4-3.7. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.8. Определение массовой доли железа

3.8.1. Роданидный метод

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 50 г ($36,0 \text{ см}^3$) препарата квалификации х.ч. или 10 г ($7,2 \text{ см}^3$) квалификации ч.д.а. и ч. помещают в фарфоровую или кварцевую чашку и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой досуха. Остаток растворяют в $0,5 \text{ см}^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25%, смывают, в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа азотной кислотой (не прибавляя раствора азотной кислоты).

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

для препарата химически чистый - 0,01 мг;

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг,

для препарата чистый - 0,03 мг.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.8.2. 2,2'-дипиридиловый метод

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 20,0 г ($14,3 \text{ см}^3$) препарата квалификации х.ч. или 10,0 г ($7,2 \text{ см}^3$) препарата квалификации ч.д.а., или 2,0 г ($1,4 \text{ см}^3$) препарата квалификации ч. помещают в платиновую, фарфоровую или кварцевую чашку и выпаривают досуха.

Остаток растворяют в $0,5 \text{ см}^3$ раствора соляной кислоты, при помощи 15 см^3 воды переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и далее определение проводят 2,2'-дипиридиловым методом.

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

для препарата химически чистый - 0,004 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,010 мг,

для препарата чистый - 0,060 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят 2,2'-дипиридиловым методом.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.9-3.9.2. (Исключены, Изм. N 2).

3.10. Определение массовой доли мышьяка

3.10.1. Метод с применением бромнортутной бумаги

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 100 г ($72,0 \text{ см}^3$) препарата помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 5 см^3 серной кислоты и выпаривают сначала на водяной бане или под инфракрасной лампой, а затем на электрической плитке, накрытой асбестом, до появления паров серной кислоты. Затем прибавляют 5 см^3 воды и снова выпаривают до появления белых паров.

После охлаждения остаток разбавляют водой до 30 см³ и далее определение проводят по методу с применением бромнортутовой бумаги в солянокислой или борнокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутовой бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутовой бумаги 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,

для препарата чистый - 0,003 мг As и соответствующие количества реактивов.

3.10.2. Метод с применением диэтилдитиокарбамата серебра

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 100 г (72 см³) препарата помещают в платиновую или фарфоровую чашку, прибавляют 5 см³ концентрированной серной кислоты и выпаривают до появления паров белого цвета. Затем прибавляют 5 см³ воды и снова выпаривают до появления белых паров. Остаток охлаждают и осторожно смывают 30 см³ воды в колбу прибора и далее определение проводят с применением диэтилдитиокарбамата серебра.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если оптическая плотность анализируемого раствора не будет выше оптической плотности растворов, содержащих:

для препарата химически чистый - 0,001 мг As,

для препарата чистый для анализа - 0,001 мг As,

для препарата чистый - 0,003 мг As.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят методом с применением диэтилдитиокарбамата серебра.

3.10.1, 3.10.2. (Введены дополнительно, Изм. N 1).

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 50 г (36,0 см³) препарата помещают в платиновую или кварцевую чашку и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой.

Остаток растворяют в 0,25 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25%, смывают содержимое чашки водой в колбу вместимостью 100 см³ (с притертой пробкой), прибавляют 1 каплю спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 0,1%, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10% до появления розовой окраски и доводят объем водой до 30 см³. Далее определение проводят сероводородным методом.

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

для препарата химически чистый - 0,01 мг Pb,

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг Pb,

для препарата чистый - 0,01 мг Pb,

0,25 см³ раствора соляной кислоты, одну каплю раствора фенолфталеина, количество раствора аммиака, израсходованное на нейтрализацию, 1 см³ раствора уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония и 10 см³ сероводородной воды.

Допускается проводить определение тиацетамидным методом (визуально) по ГОСТ 17319.

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

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: 3-1; 3-5; 3-6; 3-8; 8-1; 8-2; 10-1.

Группа фасовки: V, VI, VII.

Допускается по согласованию с потребителем транспортировать реактивную азотную кислоту в железнодорожных цистернах. Цистерны должны быть заполнены не более чем на 95% (по объему). Наливные люки цистерн должны быть тщательно герметизированы.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

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.

4.4. Не допускается совместное хранение и транспортирование азотной кислоты с органическими веществами, легковоспламеняющимися и горючими веществами, неорганическими веществами, имеющими окислительные свойства.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

4.5. Транспортная маркировка по ГОСТ 14192 с нанесением на цистерны предупредительной надписи: "Осторожно, берегись ожога!", знаков опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.1, черт.8 и 5, классификационный шифр 8151), серийный номер ООН 2031.

(Введен дополнительно, Изм. N 2), (Поправка. ИУС N 9-2018).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - 6 месяцев со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

Разд.6. (Исключен, Изм. N 2).

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:

официальное издание
М.: Стандартинформ, 2006

Редакция документа с учетом
изменений и дополнений подготовлена
АО "Кодекс"