Государственный стандарт Союза ССР ГОСТ 4461-77 (СТ СЭВ 3855-82)"Реактивы. Кислота азотная Технические условия"(утв. и введен в действие постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 декабря 1977 г. N 2995)

Reagents. Nitric acid. Specifications.

Срок действия с 1 января 1979 г.

по 1 января 1997 г.

Взамен ГОСТ 4461-67

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 6079213 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°С - 1,4 $г/см^3$,

плотность азотной кислоты с массовой долей 56% при 20°С - 1,35 $г/см^3$.

(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	0,0005	0,005
	(0,001)	(0,003)	
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,0001	0,0002	0,0020
		(0,0005)	
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, конъюктивиты.

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 к ее паров в воздухе рабочей зоны - 2 $мг/м^3$ (в пересчете на диоксид азота). Класс опасности 3 в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88

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

2. Правила приемки

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

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 27025-86.

При взвешивании применяются лабораторные весы общего назначения ВЛР-200, ВЛКТ-500г-М, ВЛЭ-200 г. 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 3885-73. 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 4517-87.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации с (NaOH)=0,5 $моль/дм^3$ (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1-83.

Смешанный индикатор (метиленовый голубой и метиловый красный); готовят по ГОСТ 4919.1-77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87, высшего сорта.

Колба Кн-1 (2)-250-19/26 (24/29) ТХС по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1 (3)-50 по ГОСТ 1770-74.

Бюретка 1 (2)-2-50-0,1 по ГОСТ 20292-74.

(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 $см^3$ воды, и тщательно перемешивают. Добавляют 0,2 $см^3$ раствора смешанного индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода фиолетово-красной окраски в зеленую.

Допускается взвешивание препарата в колбе, содержащей 50 $см^3$ 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 с (NaOH)=0,5 $моль/дм^3$ (0,5 н.), израсходованный на титрование, $см^3$;

m - масса навески препарата, г;

0,03150 - масса азотной кислоты, соответствующая 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия концентрации точно с (NaOH)=0,5 $моль/дм^3$ (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 18995.1-73 ареометром.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов) проводят по ГОСТ 27184-86 из навески 200,0 г (143 $см^3$) при норме 0,0005% или 100,0 г (72 $см^3$) при норме 0,001, 0,003 и 0,005.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 25, г (18,0 $см^3$) препарата квалификации х. ч. или 20 г (14,3 $см^3$) препарата квалификации ч. д. а., или 2,5 г (1,8 $см^3$) препарата квалификации чистый помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 1 $см^3$ раствора углекислого натрия (по ГОСТ 83-79) с массовой долей 2%, прибавляют 1 $см^3$ 2%-ного раствора безводного углекислого натрия (ГОСТ 83-79) и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой досуха. Затем прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 25 $см^3$ 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 SO_4 ,

для препарата чистый для анализа - 0,04 мг SO_4 (0,10 мг SO_4)*,

для препарата чистый - 0,05 мг SO_4 ,

1 $см^3$ раствора углекислого натрия, 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 3 $см^3$ раствора крахмала и 3 $см^3$ 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 10671.6-74. При этом 50 г (36,0 $см^3$) препарата квалификации х. ч. и ч. д. а., или 2,5 мг (1,8 $см^3$) препарата квалификации чистый помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 1 $см^3$ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83-79) с массовой долей 10% и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой досуха. Остаток растворяют в 15 $см^3$ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденовога 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 10671.6-74 из навески 20 г.

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

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7-74. При этом 21,0 г (15,6 $см^3$) препарата квалификации х. ч. или 11,0 г (7,8 $см^3$) квалификации ч. д. а. и чистый помещают в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объем раствора до 20 $см^3$ 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 С1,

для препарата чистый для анализа - 0,010 мг С1,

для .препарата чистый - 0,050 мг С1,

1 г (0,7 $см^3$) анализируемой кислоты и 1 $см^3$ 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 10555-75. При этом 50 г (36,0 $см^3$) препарата квалификации х. ч. или 10 г (7,2 $см^3$) 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 $см^3$ 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 10555-75. При этом 20,0 г (14,3 $см^3$) препарата квалификации х. ч. или 10,0 г (7,2 $см^3$) препарата квалификации ч. д. а, или 2,0 г (1,4 $см^3$) препарата квалификации ч. помещают в платиновую, фарфоровую или кварцевую чашку и выпаривают досуха.

Остаток растворяют в 0,5 $см^3$ 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 10485-75. При этом 100 г (72,0 $см^3$) 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 $см^3$ и далее определение проводят по методу с применением бромнортутной бумаги в солянокислой или борнокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной 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 10485-75. При этом 100 г (72 $см^3$) препарата помещают в платиновую или фарфоровую чашку, прибавляют 5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и выпаривают до появления паров белого цвета. Затем прибавляют 5 $см^3$ воды и снова выпаривают до появления белых паров. Остаток охлаждают и осторожно смывают 30 $см^3$ 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 17319-76. При этом 50 г (36,0 $см^3$) препарата помещают в платиновую или кварцевую чашку и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой.

Остаток растворяют в 0,25 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25%, смывают содержимое чашки водой в колбу вместимостью 100 $см^3$ (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 $см^3$. 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 $см^3$ раствора соляной кислоты, одну каплю раствора фенолфталеина, количество раствора аммиака, израсходованное на нейтрализацию, 1 $см^3$ раствора уксусной кислоты, 1 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония и 10 $см^3$ сероводородной воды.

Допускается проводить определение тиоацетамидным методом (визуально) по ГОСТ 17319-76.

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 3885-73.

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 14192-77 с нанесением на цистерны предупредительной надписи: "Осторожно, берегись ожога!", знаков опасности по ГОСТ 19433-88 (класс 8, подкласс 8.1, черт. 8 и 5, классификационный шифр 8151), серийный номер ООН 2032.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

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).

---

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