# ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

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.

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 | 3.1а |
| 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)

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 НNО.

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

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

плотность азотной кислоты с массовой долей 56% пои 20°С - 1,35 г/см.

(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), %, 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), %, не более | 0,0001 | 0,0002(0,0005) | 0,0020 |
| 4. Массовая доля фосфатов (РО), %, не более | 0,00002 | 0,00005 | 0,00200 |
| 5. Массовая доля хлоридов (Сl), %, 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 (Рb), %, 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 и ее паров в воздухе рабочей зоны - 2 мг/м (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 *с*(NaOH)=0,5 моль/дм (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 см воды, и тщательно перемешивают. Добавляют 0,2 см раствора смешанного индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода фиолетово-красной окраски в зеленую.

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

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю азотной кислоты () в процентах вычисляют по формуле



где  - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно *с*(NaOH)=0,5 моль/дм (0,5 н.), израсходованный на титрование, см;

 - масса навески препарата, г;

0,03150 - масса азотной кислоты, соответствующая 1 см раствора гидроокиси натрия концентрации точно *с*(NaOH)=0,5 моль/дм (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 ±0,4% при доверительной вероятности =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 см) при норме 0,0005% или 100,0 г (72 см) 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 см) препарата квалификации х.ч. или 20 г (14,3 см) препарата квалификации ч.д.а., или 2,5 г (1,8 см) препарата квалификации чистый помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 1 смраствора углекислого натрия (по ГОСТ 83) с массовой долей 2%, прибавляют 1 см 2%-ного раствора безводного углекислого натрия (ГОСТ 83) и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой досуха. Затем прибавляют 1 см раствора соляной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 25 см 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 SО,

для препарата чистый для анализа - 0,04 мг SО (0,10 мг SO)\*,
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Значение, указанное в скобках, установлено для нормы, действующей до 01.01.96.

для препарата чистый - 0,05 мг SO,

1 см раствора углекислого натрия, 1 см раствора соляной кислоты, 3 см раствора крахмала и 3 см 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 см) препарата квалификации х.ч. и ч.д.а., или 2,5 мг (1,8 см) препарата квалификации чистый помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 1 см раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 10% и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой досуха. Остаток растворяют в 15 см воды, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см 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 см) препарата квалификации х.ч. или 11,0 г (7,8 см) квалификации ч.д.а. и ч. помещают в коническую колбу вместимостью 50 см, доводят объем раствора до 20 см 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 Сl,

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

для препарата чистый - 0,050 мг Сl,

1 г (0,7 см) анализируемой кислоты и 1 см 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 см) препарата квалификации х.ч. или 10 г (7,2 см) 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 раствора соляной кислоты с массовой долей 25%, смывают, в мерную колбу вместимостью 50 см 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 преперата 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 см) препарата квалификации х.ч. или 10,0 г (7,2 см) препарата квалификации ч.д.а., или 2,0 г (1,4 см) препарата квалификации ч. помещают в платиновую, фарфоровую или кварцевую чашку и выпаривают досуха.

Остаток растворяют в 0,5 см раствора соляной кислоты, при помощи 15 см воды переносят в мерную колбу вместимостью 100 см 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 см) препарата помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 5 см 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 воды и снова выпаривают до появления белых паров.

После охлаждения остаток разбавляют водой до 30 см 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. При этом 100 г (72 см) препарата помещают в платиновую или фарфоровую чашку, прибавляют 5 см концентрированной серной кислоты и выпаривают до появления паров белого цвета. Затем прибавляют 5 см воды и снова выпаривают до появления белых паров. Остаток охлаждают и осторожно смывают 30 см 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 см) препарата помещают в платиновую или кварцевую чашку и выпаривают на водяной бане или под инфракрасной лампой.

Остаток растворяют в 0,25 см раствора соляной кислоты с массовой долей 25%, смывают содержимое чашки водой в колбу вместимостью 100 см (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. 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 Рb,

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

для препарата чистый - 0,01 мг Рb,

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

Допускается проводить определение тиоацетамидным 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 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).