ГОСТ 4461—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

# КИСЛОТА АЗОТНАЯ

## ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

## 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 № 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 | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 12.1.005—88 | 2а.4 | ГОСТ 10671.7—74 | 3.7 |
| ГОСТ 83—79 | 3.5, 3.6 | ГОСТ 14192—96 | 4.5 |
| ГОСТ 1770—74 | 3.2.1 | ГОСТ 17319—76 | 3.11 |
| ГОСТ 3885—73 | 2.1, 3.1, 4.1 | ГОСТ 18300—87 | 3.2.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 3.2.1 | ГОСТ 18995.1—73 | 3.3 |
| ГОСТ 4517—87 | 3.2.1 | ГОСТ 19433—88 | 4.5 |
| ГОСТ 4919.1—77 | 3.2.1, 3.11 | ГОСТ 25336—82 | 3.2.1 |
| ГОСТ 10485—75 | 3.10.1, 3.10.2 | ГОСТ 25794.1—83 | 3.2.1 |
| ГОСТ 10555—75 | 3.8.1, 3.8.2 | ГОСТ 27025—86 | 3.1а |
| ГОСТ 10671.5—74 | 3.5 | ГОСТ 27184—86 | 3.4 |
| ГОСТ 10671.6—74 | 3.6 | | |

7. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

8. **ИЗДАНИЕ (ноябрь 2005 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., июне 1990 г. (ИУС 3—84, 10—90)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 26.12.2005. Формат 60 × 84$^1$/$_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,83. Тираж 31 экз. Зак. 4. С 2308.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ»

**Поправка к ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---|---|---|
| Пункт 4.5 | серийный номер ООН 2032. | серийный номер ООН 2031. |

(ИУС № 9 2018 г.)

УДК 546—41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

# КИСЛОТА АЗОТНАЯ

Технические условия

ГОСТ 4461—77

Reagents. Nitric acid. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 1211 0010 01

Дата введения 01.01.79

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 °С — 1,4 г/см³,

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

**(Измененная редакция, Изм. № 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. № 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 |

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© Стандартинформ, 2006

*Продолжение*

| 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 |
| 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. № 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. № 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. № 2).**

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 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. № 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. № 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 $c$ (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (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. № 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 $c$ (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 $c$ (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 ±0,4 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.2.2, 3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Плотность определяют по ГОСТ 18995.1 ареометром.

**(Измененная редакция, Изм. № 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 $SO_4$.

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

для препарата чистый — 0,05 мг $SO_4$,

1 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 г (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. № 1, 2).**

3.8. Определение массовой доли железа

3.8.1. *Роданидный метод*

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 50 г (36,0 см³) препарата квалификации х. ч. или 10 г (7,2 см³) 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 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, смывают в мерную колбу вместимостью 50 см³ 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. № 2).**

---

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

3.8.2. *2,2′-дипиридиловый метод*

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 20,0 г (14,3 см³) препарата квалификации х. ч. или 10,0 г (7,2 см³) препарата квалификации ч. д. а., или 2,0 г (1,4 см³) препарата квалификации ч. помещают в платиновую, фарфоровую или кварцевую чашку и выпаривают досуха.

Остаток растворяют в 0,5 см³ раствора соляной кислоты, при помощи 15 см³ воды переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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. № 1).**

3.9—3.9.2. **(Исключены, Изм. № 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 см³) препарата помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 5 см³ 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 см³ воды и снова выпаривают до появления белых паров.

После охлаждения остаток разбавляют водой до 30 см³ и далее определение проводят по методу с применением бромнортутной бумаги в солянокислой и 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 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. № 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 тиоацетамидным методом (визуально) по ГОСТ 17319.

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

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

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

**Поправка к ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---|---|---|
| Пункт 4.5 | серийный номер ООН 2032. | серийный номер ООН 2031. |

(ИУС № 9 2018 г.)

gost.e-ecolog.ru