АРХИВ
19503-88

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ГИДРАЗИН-ГИДРАТ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 19503—88

Издание официальное

Е

Цена 5 коп. БЗ 4—88/313

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

УДК 661.5:546.171.5'212:006.354 Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГИДРАЗИН-ГИДРАТ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Hydrazine-hydrate for industrial use. Specifications

ГОСТ 19503—88

ОКП 21 3331 0100

Срок действия с 01.07.89
до 01.07.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический гидразин-гидрат, представляющий собой бесцветную прозрачную жидкость с запахом аммиака, дымящую на воздухе.

Технический гидразин-гидрат гигроскопичен, на воздухе поглощает углекислоту, с водой и спиртом смешивается в любых соотношениях; в эфире, хлороформе и бензоле не растворяется.

Настоящий стандарт устанавливает требования к техническому гидразин-гидрату, изготовляемому для нужд народного хозяйства и для экспорта.

Формула $N_2H_4 \cdot H_2O$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1978 г.) — 50,0606.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Технический гидразин-гидрат должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Характеристики

1.2.1. По физико-химическим показателям технический гидразин-гидрат должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

1.2.2. Периодичность санитарно-химического контроля воздуха рабочей зоны устанавливается по ГОСТ 12.1.007—76.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

Е

© Издательство стандартов, 1988

Таблица 1

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость
2. Массовая доля гидразина, N_2H_4, %	64,0—67,0
3. Массовая доля аммиака, %, не более	0,06
4. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,002

1.2.3. Технический гидразин-гидрат относится к 1-му классу опасности по ГОСТ 12.1.005—76.

1.2.4. Предельно допустимая концентрация (ПДК) технического гидразин-гидрата в воздухе рабочей зоны — 0,1 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005—76.

1.2.5. Технический гидразин-гидрат — горючая жидкость в парах взрывоопасен, на воздухе при контакте с каталитически активными веществами, имеющими развитую поверхность (песок, земля, асбест, активированный уголь, вата, пряжа, окислы тяжелых металлов и т. п.) склонен к самовозгоранию.

Показатели пожаровзрывоопасности по ГОСТ 12.1.044—84 следующие:

температура вспышки в открытом тигле — не ниже 73°С;

температура воспламенения — не ниже 73°С;

температура самовоспламенения — 267°С;

концентрационный предел распространения пламени в объемных долях: нижний — 7,3%, верхний — 100,0%.

1.2.6. Отбор проб и испытания продукта проводятся с использованием средств индивидуальной защиты.

1.2.7. При производстве и применении технического гидразин-гидрата должны соблюдаться требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—85.

1.2.8. Производственные помещения, в которых проводят работы с техническим гидразин-гидратом (отбор проб, навесок, растворение и другие), должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией и местной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021—75, обеспечивающей состояние воздушной среды в соответствии с ПДК по ГОСТ 12.1.005—76. В вытяжных шкафах скорость потока воздуха должна быть не менее 1,5 м/с.

1.2.9. Технологическое оборудование должно быть герметизировано, транспортная тара и лабораторная посуда должны герметически закрываться.

1.3. Маркировка

1.3.1. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением основных, дополнительных, информационных надписей и манипуляционного знака «Герметичная упаковка» с обозначени-

ем знаков опасности груза, соответствующих классификационному шифру 8242 по ГОСТ 19433—81.

1.3.2. К каждой бочке, контейнеру должен быть прикреплен ярлык с указанием:

наименования предприятия-изготовителя или его товарного знака;

наименования продукта;

номера партии;

массы брутто и нетто;

даты изготовления;

обозначения настоящего стандарта.

Допускается наносить маркировку непосредственно на обечайке каждой бочки краской по трафарету.

1.3.3. На цистерну наносят специальные трафареты в соответствии с правилами перевозки опасных грузов железнодорожным транспортом.

1.3.4. Маркировка технического гидразин-гидрата, предназначенного для экспорта, — по ГОСТ 14192—77 и заказу-наряду внешнеторгового объединения.

1.4. Упаковка

1.4.1. Технический гидразин-гидрат заливают в бочки из коррозионностойкой стали по ГОСТ 26155—84 типа III вместимостью 250 дм^3, возвратные бочки из нержавеющей стали для жидких химических продуктов вместимостью 250 дм^3, специальные контейнеры вместимостью 1300 дм^3 и цистерны, изготовленные из стали марок Х18Н9Т или Х18Н10Т по ГОСТ 5632—72 или из двухслойной стали тех же марок со сталью Ст.3 по ГОСТ 380—71.

Упаковка технического гидразин-гидрата, предназначенного для экспорта, должна соответствовать ГОСТ 26319—84.

1.4.2. Несливаемый остаток технического гидразин-гидрата собственных или приписных железнодорожных цистерн, контейнеров и бочек проверяют на соответствие требованиям настоящего стандарта.

Если качество остатка не соответствует требованиям настоящего стандарта, то остаток удаляют с помощью вакуума в специальную емкость. Затем тару 1—2 раза промывают конденсатом или пропаривают острым паром, воду или конденсат удаляют с помощью вакуума в специальную емкость.

Не допускается наличие на стенках бочек и цистерн ржавых пятен.

При наличии на внутренних стенках ржавых пятен бочку подвергают обработке в соответствии с НТД, утвержденной в установленном порядке.

1.4.3. Перед заполнением техническим гидразин-гидратом цистерны продувают азотом в течение (60±10) мин.

1.4.4. Бочки, контейнеры и цистерны заполняют продуктом не более чем на 90% объема.

1.4.5. После заполнения тару герметично закрывают: бочки — ввинчивающимися пробками, контейнеры — вентилями или заглушками. Герметичность заполненных техническим гидразин-гидратом бочек проверяют, выдерживая их в течение 30 мин в положении пробкой вниз.

1.4.6. В качестве уплотняющего материала используют фторопласт-4 по ГОСТ 10007—80 или паронит марки ПОН по ГОСТ 481—80 в чехле из фторопласта-4 по ГОСТ 10007—80 или обернутый фторопластовой лентой по ГОСТ 24222—80.

2. ПРИЕМКА

2.1. Технический гидразин-гидрат принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, но не более 50 т, однородного по своим показателям качества, сопровождаемое документом о качестве. Каждую железнодорожную цистерну принимают за партию.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии;

количество мест в партии;

дату изготовления;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта;

результаты проведенных анализов.

2.2. Для проверки качества технического гидразин-гидрата отбирают каждую цистерну или 10% контейнеров или бочек, но не менее трех, если партия состоит менее чем из 30 единиц продукции.

2.3. Массовую долю остатка после прокаливания изготовитель определяет по требованию потребителей.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ удвоенного количества бочек или контейнеров той же партии или вновь отобранной пробы из цистерны. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы из бочек отбирают чистой сухой стеклянной трубкой диаметром 10—15 мм и длиной, обеспечивающей отбор из верхнего, среднего и нижнего слоев. Отобранные точеч-

ные пробы объединяют. Объем объединенной пробы должен быть не менее 250 см³.

3.2. Точечные пробы из железнодорожных цистерн отбирают из верхнего, среднего и нижнего слоев анализируемого продукта чистым и сухим переносным пробоотборником любой конструкции вместимостью не более 1 дм³ из нержавеющей стали Х18Н10Т или Х18Н9Т по ГОСТ 5632—72. Объем объединенной пробы из трех слоев должен быть не менее 250 см³.

3.3. Перед отбором точечной пробы из контейнера содержимое контейнера перемешивается в течение (15±5) мин барботажем азота, подаваемого из магистрали под давлением не более 0,06 МПа (0,6 кгс/см²) через сифон. По истечении указанного времени отбирают точечную пробу чистой, сухой, стеклянной трубкой диаметром 10—15 мм из любых точек контейнера. Объем объединенной пробы должен быть не менее 250 см³.

3.4. Объединенную пробу помещают в чистую и сухую стеклянную бутыль вместимостью 500 см³, которая закрывается чистой и сухой полиэтиленовой пробкой. Объединенную пробу перемешивают, переворачивая бутыль пробкой вниз 5—10 раз, после чего из нее отбирают 100 см³ гидразин-гидрата в чистую сухую бутыль вместимостью 250 или 500 см³.

3.5. На бутыль наклеивают этикетку с указанием:

наименования продукта;

обозначения настоящего стандарта;

даты и места отбора проб;

номера партии;

фамилии лица, отбиравшего пробу.

После этого бутыль пломбирует отдел технического контроля.

Объединенная проба должна храниться не более трех месяцев.

3.6. Определение внешнего вида

3.6.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Пробирки П-1—25—200 ХС по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бумага фильтровальная или бумага писчая.

Допускается применение другой аппаратуры с характеристиками не ниже рекомендуемых.

3.6.2. *Проведение анализа*

Внешний вид и цвет продукта определяют визуально. Для этого его наливают в пробирку и просматривают в проходящем свете на фоне листа белой фильтровальной или писчей бумаги. Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если он не отличается от дистиллированной воды, налитой в таком же объеме в такую же пробирку.

3.7. Определение массовой доли гидразина

3.7.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 2-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Термометр стеклянный ртутный с диапазоном измерения температуры от 0 до 100°С и от 100 до 200°С.

Шкаф сушильный с погрешностью регулировки и поддержания заданной температуры в пределах ±5°С.

Часы любого типа.

Шпатель 1, 2, 3, 4 по ГОСТ 9147—80.

Баня водяная.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919—83.

Стаканчик для взвешивания типа СВ по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1—5 или 1—10, 1—25, 3—25 или 4—25 по ГОСТ 1770—74.

Колба 1—250—2 по ГОСТ 1770—74.

Бюретки 1—2—50—0,1; 2—2—50—0,1; 3—2—50—0,1; 4—2—50; 5—2—50 по ГОСТ 20292—74.

Пипетки 2—2—5, 3—2—5, 6—2—5 или 7—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Воронка Бюхнера 2, 3, 4 по ГОСТ 9147—80.

Колбы К-1—500—29/32 ТС; К-1—1000—29/32 ТС; П-1—500—29/32 ТС; П-1—1000—29/32 ТС; КГУ-2—1—500—29/32 ТС; КГУ-2—1—1000—29/32 ТС; КГП-3—1—500—29/32 ТС; КГП-3—1—1000—29/32 ТС; Кн-1—100—14/23 ТС; Кн-1—250—24/29 ТС; Кн-1—500—24/29 ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронки ВФ-1—75 ХС, ВФ-3—100 ХС по ГОСТ 25336—82.

Стакан 7 по ГОСТ 9147—80.

Бумага фильтровальная.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336—82.

Чашка ЧБН-1—150 или ЧБН-2 по ГОСТ 25336—82.

Колба 1—500, 1—1000 по ГОСТ 25336—82.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч., ч.д.а., х.ч., раствор концентрации точно c (CHl) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, ч., ч.д.а., х.ч., раствор в воде массовой концентрации 40 г/дм³.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201—79, ч., ч.д.а., х.ч.

Йод по ГОСТ 4159—79, ч., ч.д.а., раствор в водном растворе йодистого калия концентрации точно c ($^1/_2$ J_2) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч., ч.д.а., х.ч.

Допускается применение другой аппаратуры с характеристиками не ниже рекомендуемых.

3.7.2. *Подготовка к проведению анализа*

3.7.2.1. Приготовление раствора йода концентрации c ($^1/_2$ J_2) = = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) в водном растворе йодистого калия массовой концентрации 40 г/дм³.

Раствор йода готовят в емкости из темного стекла или покрытой светонепроницаемой бумагой с плотно закрывающейся пробкой.

(12,70±0,05) г йода в расчете на 1 дм³ раствора взвешивают на весах и всыпают в емкость, в которую заранее помещен раствор йодистого калия, приготовленный смешением 40 г йодистого калия и 250 см³ дистиллированной воды.

Содержимое емкости перемешивают до полного растворения йода, после чего доливают необходимое количество воды и снова хорошо перемешивают.

3.7.2.2. *Приготовление сернокислого гидразина*

Сернокислый гидразин квалификации «чистый для анализа», используемый для установления титра раствора йода, приготовленного в соответствии с п. 3.7.2.1, готовят следующим образом.

В фарфоровый стакан вместимостью 1 дм³ помещают 500 см³ дистиллированной воды, затем приливают, перемешивая, осторожно, небольшими порциями 145 см³ серной кислоты.

В полученный раствор серной кислоты, охлажденный до 20°С, перемешивая, небольшими порциями по (7,5±2,5) см³ приливают 125 см³ гидразин-гидрата, следя за тем, чтобы температура содержимого стакана не поднималась выше 60°С. Затем содержимое стакана выдерживают, перемешивая 1 ч, и охлаждают до 20°С. Выпавшие кристаллы сернокислого гидразина отсасывают на воронке Бюхнера, промывают дважды 200—250 см³ дистиллированной воды и отжимают.

Полученный сернокислый гидразин дважды перекристаллизовывают из 1 дм³ воды, нагревая до 95°С и охлаждая до 20°С.

Перекристаллизованный сернокислый гидразин сушат в сушильном шкафу при (115±5)°С до постоянной массы, определяемой на технических весах.

При повторной установке коэффициента поправки раствора йода по сернокислому гидразину каждый раз проводится операция высушивания и доведения его до постоянной массы.

3.7.2.3. *Определение коэффициента поправки раствора йода*

(1,0±0,1) г кислого углекислого натрия взвешивают в стаканчике для взвешивания.

Коэффициент поправки раствора йода, приготовленного в соответствии с п. 3.7.2.1, устанавливают по сернокислому гидразину следующим образом: 4—5 навесок сернокислого гидразина по (0,1000±0,0500) г взвешивают в стаканчиках для взвешивания, количественно переносят в конические колбы вместимостью 250 см³ и растворяют в 40 см³ воды. Затем прибавляют (1,0±±0,1) г углекислого кислого натрия и сразу титруют раствором йода до появления желтой окраски, не исчезающей в течение 2—3 мин.

Коэффициент поправки раствора йода (K) вычисляют по формуле

$$K=\frac{m\cdot 1000}{V\cdot 32{,}53\ 0{,}1},$$

где m — масса сернокислого гидразина, взятая для анализа, г;
V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³;
0,1 — концентрация раствора йода, моль/дм³;
32,53 — молярная масса эквивалента сернокислого гидразина, г/моль.

Допускается определение коэффициента поправки раствора йода по ГОСТ 25794.2—83.

При возникновении разногласий при определении коэффициента поправки определение проводят, как указано в п. 3.7.2.3.

3.7.3. *Проведение анализа*

(2,0000±0,0500) г технического гидразин-гидрата в конической колбе вместимостью 100 см³ с притертой пробкой, в которую предварительно помещают 15 см³ дистиллированной воды, перемешивают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают (раствор А).

5 см³ раствора А отбирают пипеткой в плоскодонную колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 5 см³ раствора соляной кислоты, (1,0±0,1) г углекислого кислого натрия, 20 см³ дистиллированной воды и титруют раствором йода до появления желтой окраски, не исчезающей в течение 2—3 мин.

3.7.4. *Обработка результатов*

Массовую долю гидразина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{0{,}1\cdot 250\cdot 100\cdot V\cdot 8{,}012}{1000\cdot m\cdot 5},$$

где V — объем раствора йода концентрации точно c ($^1/_2\,J_2$) = =0,1 моль/дм³, израсходованного на титрование, см³;
m — масса технического гидразин-гидрата, взятая для приготовления раствора А, г;
8,012 — молярная масса эквивалента гидразина, г/моль;
0,1 — концентрация раствора йода, моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,20%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,76% при доверительной вероятности 0,95.

3.8. Определение массовой доли аммиака

3.8.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

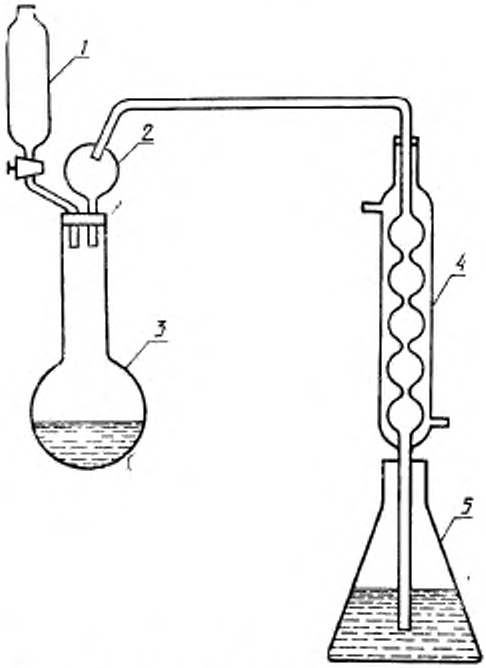
Колбонагреватель лабораторный или электроплитка по ГОСТ 14919—83 с закрытым обогревом.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Цилиндры 1—25, 2—25, 3—25 или 4—25 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-1—100—14/23 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Схема прибора для определения аммиака



1 — воронка; *2* — каплеуловитель; *3* — колба Кьельдаля; *4* — холодильник; *5*—«конусная колба»

Черт. 1

Колба 2—50—2 или 4—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Стаканчик СВ-19/9, СВ-24/10, СВ-34/12 по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4—2—1, 4—2—2 или 5—2—1, 5—2—2, 6—2—5,

6—2—10 или 7—2—5, 7—2—10; 2—2—10, 2—2—25, 2—2—50 или 3—1—20, 3—2—25, 3—2—50 по ГОСТ 20292—74.

Часы любого типа.

Прибор для определения аммиака (черт. 1), состоящий из:

колбы Кьельдаля 2—250—29 ТХС по ГОСТ 25336—82;

колбы Кн-1—100—14/23 ТХС, Кн-1—100—19/26 ТХС, Кн-1—100—24/29 ТХС по ГОСТ 25336—82;

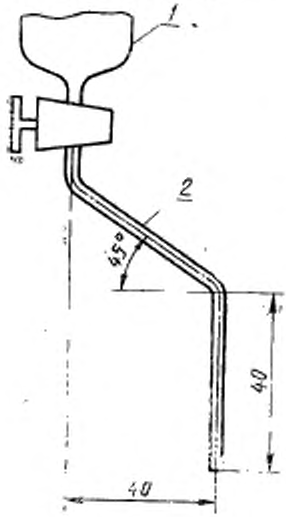
каплеуловителя КО-100 ХС по ГОСТ 25336—82 с отводной трубкой под углом 90°;

холодильника ХШ-3—200 ХС по ГОСТ 25336—82 без взаимозаменяемых конусов;

воронки ВД-3—50 ХС по ГОСТ 25336—82 с удлинением трубки (черт. 2).

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч., ч.д.а., х.ч., концентрации точно c (HCl) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.).

Схема припайки стеклянной трубки к воронке



1—воронка; 2—трубка

Черт. 2

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч., ч.д.а., х.ч., водный раствор с массовой долей основного вещества 10%.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, ч., х.ч., ч.д.а.

Реактив Несслера, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч., ч.д.а, х.ч., водный раствор с массовой долей основного вещества 2,0%.

3.8.2. *Подготовка к проведению анализа*

3.8.2.1. *Приготовление раствора массовой концентрации азота 0,0157 мг/см³*

Раствор готовят следующим образом. (0,0600±0,0100) г хлористого аммония взвешивают в стаканчике для взвешивания. Навеску хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая ее пробкой вниз, в течение 5—10 мин.

3.8.2.2. *Построение градуировочного графика*

0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ раствора массовой концентрации азота 0,0157 мг/см³ помещают в мерные колбы вместимостью 50 см³, добавляют по (37,5±2,5) см³ раствора соляной

кислоты концентрации точно c (HCl) = 0,01 моль/дм^3 и по 1 см^3 реактива Несслера. Содержимое колб перемешивают, переворачивая колбы пробкой вниз 5—10 раз.

Объемы растворов в колбах доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм^3 и перемешивают, переворачивая колбу вниз 10—20 раз.

Одновременно готовят контрольную пробу. Для этого 1 см^3 реактива Несслера помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 0,01 моль/дм^3. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Колбы выдерживают не менее 10 мин и фотоколориметрируют с синим светофильтром № 3 λ = 400—425 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

По данным оптической плотности раствора строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значение оптической плотности, а по оси абсцисс — соответствующие массы азота в миллиграммах.

3.8.3. *Проведение анализа*

Собирают схему прибора, приведенную на черт. 1. Предварительно на приемник *5* наносят метку, соответствующую объему жидкости 70 см^3, отмеренному пипетками вместимостью 50 и 20 см^3.

В колбу *3* помещают 20 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 раствора А, приготовленного в соответствии с п. 3.7.3. В приемник *5* пипеткой помещают 25 см^3 раствора соляной кислоты так, чтобы кончик холодильника был погружен в жидкость. Затем через капельную воронку *1* прибавляют 20 см^3 раствора едкого натра и 10 см^3 раствора марганцовокислого калия (объемы растворов отмеряют цилиндром).

После этого закрывают кран на капельной воронке, оставляя (2,5±0,5) см^3 раствора в воронке для визуального контроля герметичности крана. Нагревают содержимое колбы *3* на колбонагревателе до кипения.

Когда объем жидкости в приемнике будет составлять 70 см^3, приемник *5* убирают из-под холодильника и нагревание прекращают.

К содержимому приемника пипеткой добавляют 1 см^3 реактива Несслера. В тех же условиях, заменяя анализируемый раствор 10 см^3 дистиллированной воды, проводят контрольный опыт. Выдерживают оба раствора в течение 10 мин и фотоколориметрируют с синим светофильтром № 3 λ = 400—425 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм. По градуировочному графику определяют массу азота в миллиграммах, соответствующую величине оптической плотности.

3.8.4. *Обработка результатов*

Массовую долю аммиака (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 1,21 \cdot 250 \cdot 70 \cdot 100}{m_1 \cdot 10 \cdot 1000 \cdot 50},$$

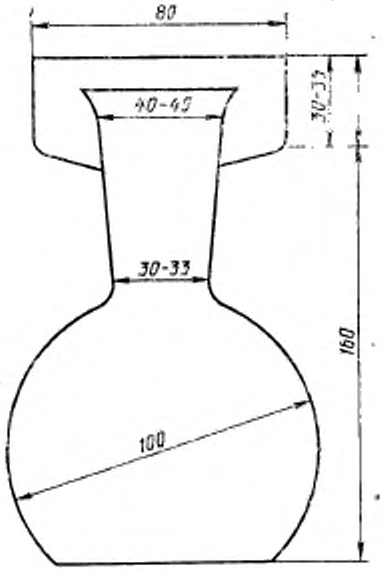
где m — масса азота, определенная по градуировочному графику, мг;

1,21 — коэффициент пересчета азота на аммиак;

m_1 — масса анализируемого гидразин-гидрата, взятая для приготовления раствора А, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимого расхождения, равного 0,001%.

Паровая баня



Черт. 3

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,002% при доверительной вероятности 0,95.

3.9. Определение массовой доли остатка после прокаливания

3.9.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности.

Электропечь СНОЛ любого размера с пределами регулирования температуры от 400 до 900°С или муфельная печь для работы в указанном интервале температур.

Чашка платиновая массой 10—19 г, вместимостью 14—18 см³ по ГОСТ 6563—75.

Эксикатор 1—100, 1—140, 1—190 или 1—250 по ГОСТ 25336—82.

Электроплитка с закрытым обогревом по ГОСТ 14919—83.

Пипетки 4—2—1 или 5—2—1, 6—2—10 или 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Баня паровая вместимостью 0,5 дм³ (черт. 3).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Щипцы лабораторные.

Часы любого типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч., ч.д.а., х.ч., водный раствор с массовой долей 1%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч., ч.д.а., х.ч.

Допускается применение другой аппаратуры с характеристиками не ниже рекомендуемых.

3.9.2. *Подготовка к проведению анализа*

3.9.2.1. *Подготовка платиновой чашки*

Подготовка платиновой чашки заключается в промывании ее дистиллированной водой и доведении до постоянной массы. Перенос платиновой чашки должен осуществляться щипцами.

Предварительно включают электропечь (или муфельную печь) и в течение всего процесса подготовки и проведения анализа поддерживают температуру 600—700°С.

Промытую платиновую чашку выдерживают в электропечи (или муфельной печи) при температуре 600—700°С не менее 30 мин, затем щипцами достают из электропечи (или муфельной печи), охлаждают в эксикаторе в течение 20 мин, после чего взвешивают. Такую последовательность операций повторяют до установления постоянной массы платиновой чашки. При этом время повторной выдержки в термостате снижается до 20 мин.

Если для анализа используют чашку с остатком после прокаливания от предыдущего анализа, то остаток растворяют соляной кислотой. Раствор сливают, промывают чашку дистиллированной водой с внутренней и внешней стороны. Осматривают чашку. Обработку повторяют до полного отсутствия видимых загрязнений, после чего чашку прокаливают в электропечи или муфельной печи до постоянной массы.

3.9.2.2. *Подготовка пипетки*

Чистую пипетку пропаривают водяным паром в течение 20 мин

и сушат. Пипетку хранят в закрытой чистой полиэтиленовой упаковке.

3.9.3. *Проведение анализа*

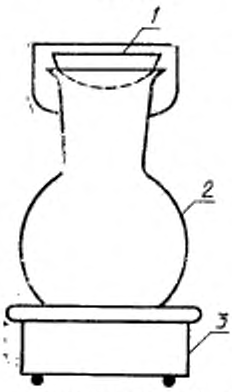
В вытяжном шкафу собирают установку для выпаривания (черт. 4).

Чашку устанавливают на паровую баню, заполненную дистиллированной водой.

Подготовленной пипеткой вносят в чашку 10 см³ технического гидразин-гидрата (п. 3.4), включают нагрев электроплитки и выпаривают продукт.

По окончании выпаривания чашку с нелетучим остатком помещают в эксикатор и охлаждают в течение 20 мин. В охлажденную чашку вносят 0,2 см³ серной кслоты, нагревают на плитке до полного улетучивания серной кислоты и прокаливают до постоянной массы в электропечи (или муфельной печи) при температуре 600—700°С. Первый раз чашку выдерживают в электропечи (или муфельной печи) в течение 30 мин, в последующие — по 20 мин до доведения до постоянной массы.

Установка для выпаривания



1—платиновая чашка; 2—паровая баня; 3—электроплитка с закрытым обогревом

Черт. 4

Массу остатка после прокаливания определяют по разности масс чашки с остатком и без остатка.

3.9.4. *Обработка результатов*

Массовую долю остатка после прокаливания (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{10 \cdot \rho},$$

где m — масса остатка после прокаливания, г;

10 — объем анализируемой пробы, см³;

ρ — плотность технического гидразин-гидрата в зависимости от температуры во время отбора пробы, г/см³.

Зависимость плотности технического гидразин-гидрата от температуры представлена в табл. 2.

Таблица 2

Плотность, г/см³	Температура, °С	Плотность, г/см³	Температура, °С
1,048	0	1,035	20
1,044	5	1,032	25
1,041	10	1,028	30
1,038	15	1,014	50

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,0003%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,0003% при доверительной вероятности 0,95.

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический гидразин-гидрат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на транспорте данного вида.

Продукт, упакованный в бочки, транспортируют в крытых транспортных средствах; по железной дороге транспортирование осуществляется повагонными отправками.

Технический гидразин-гидрат, упакованный в специальные контейнеры, транспортируют по железной дороге на открытом подвижном составе в соответствии с условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР.

Транспортирование технического гидразин-гидрата осуществляется также в железнодорожных цистернах (изготовителя—потребителя).

4.2. Технический гидразин-гидрат хранят в специальных открытых или неотапливаемых закрытых складских помещениях, в транспортной таре или в специальных емкостях из стали Х18Н9Т или Х18Н10Т по ГОСТ 5632—72.

Не допускается хранение технического гидразин-гидрата вместе с окислителями и концентрированными минеральными кислотами.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие технического гидразин-гидрата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения технического гидразин-гидрата — один год со дня изготовления.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. Ф. Терещенко, д-р хим. наук; **А. Г. Базанов**, д-р хим. наук; **А. Г. Дроздецкий**, канд. хим. наук; **В. М. Тришин**, канд. хим. наук; **Ю. П. Петров**; **Г. П. Воронина**; **В. Н. Строгалева**; **В. Д. Афанасьев**; **И. В. Борисенко**; **Л. Е. Маккавеева**; **Н. С. Тимофеева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 мая 1988 г. № 1283**

3. **Срок первой проверки — 1992 г.**

4. **Периодичность проверки — 5 лет.**

5. **Взамен ГОСТ 19503—74**

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.004—85	1.2.7
ГОСТ 12.1.005—76	1.2.3, 1.2.4, 1.2.8
ГОСТ 12.1.007—76	1.2.2
ГОСТ 12.1.044—84	1.2.5
ГОСТ 12.4.021—75	1.2.8
ГОСТ 380—71	1.4.1
ГОСТ 481—80	1.4.6
ГОСТ 1770—74	3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 3118—77	3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 3773—72	3.8.1
ГОСТ 4159—79	3.7.1
ГОСТ 4201—79	3.7.1
ГОСТ 4204—77	3.7.1, 3.9.1
ГОСТ 4232—74	3.7.1
ГОСТ 4328—77	3.8.1
ГОСТ 5632—72	1.4.1, 3.2, 4.2
ГОСТ 6563—75	3.9.1
ГОСТ 6709—72	3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 9147—80	3.7.1
ГОСТ 10007—80	1.4.6
ГОСТ 14192—77	1.3.1, 1.3.4
ГОСТ 14919—83	3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 19433—81	1.3.1

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 20292—74	3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 20490—75	3.8.1
ГОСТ 24104—80	3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 24222—80	1.4.6
ГОСТ 25336—82	3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 25794.2—83	3.7.2.3
ГОСТ 26155—84	1.4.1
ГОСТ 26319—84	1.4.1

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Т. И. Кононенко*

Сдано в наб. 30.05.88 Подп. в печ. 12.07.88 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,09 уч.-изд. л.
Тир. 10 000 Цена 5 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2370