МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

ГИДРОКСИЛАМИНА ГИДРОХЛОРИД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 546.172'131—41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

ГИДРОКСИЛАМИНА ГИДРОХЛОРИД

Технические условия

ГОСТ 5456—79

Reagents. Hydroxilamine hydrochloride. Specifications

ОКП 26 1352 0010 07

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на гидрохлорид гидроксиламина, представляющий собой бесцветные гигроскопичные кристаллы, легкорастворимые в воде.

Формула $NH_2OH \cdot HCl$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 69,49.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Гидрохлорид гидроксиламина должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям гидрохлорид гидроксиламина должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1352 0012 05	Чистый (ч.) ОКП 26 1352 0011 06
1. Массовая доля гидрохлорида гидроксиламина ($NH_2OH \cdot HCl$), %, не менее	98	97
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005
3. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01	0,05
4. Массовая доля свободной соляной кислоты, %, не более	0,15	0,3
5. Массовая доля хлористого аммония (NH_4Cl), %, не более	0,3	1,0
6. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,005
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0003	0,0007
8. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,0001	0,0001
9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,001

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 2002

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Гидрохлорид гидроксиламина вызывает аллергические дерматиты, при длительном контакте — экземы. При попадании внутрь может вызывать изменение состава крови.

2.2. При работе с препаратом необходимо использовать индивидуальные средства защиты (респираторы типа «Лепесток», «Астра», резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией.

Анализ препарата необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Гидрохлорид гидроксиламина невзрывоопасен и непожароопасен.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг (или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг).

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 350 г.

4.2. Определение массовой доли гидрохлорида гидроксиламина

4.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1(2)—2—50—0,1 по НТД.

Колба 2—200—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—20 по НТД.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации c ($1/5KMnO_4$) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные);

раствор готовят следующим образом: 50 г железоаммонийных квасцов растворяют в 200 см^3 воды и 100 см^3 раствора серной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

4.2.2. *Проведение анализа*

Около 1,0000 г препарата помещают в мерную колбу и растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

20 см^3 полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 30 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и кипятят 5 мин.

Раствор быстро охлаждают под струей воды до комнатной температуры, прибавляют 150 см^3 свежепрокипяченной воды комнатной температуры и титруют раствором марганцовокислого калия до перехода желтой окраски раствора в розово-желтую.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение веществ, окисляемых марганцовокислым калием, в применяемых реактивах и при их обнаружении в результат определения вносят поправку.

4.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю гидрохлорида гидроксиламина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}003475 \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot 20},$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески препарата, г;

0,003475 — масса гидрохлорида гидроксиламина, соответствующая 1 см^3 раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,5 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.2.1—4.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. *Растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770.

4.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 200 см^3 воды.

Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 100 см^3 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1,0 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 45 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ± 20 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

4.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Пипетка 4(5)—2—2 по НТД.

Стакан В(Н)-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Чаша 200 по ГОСТ 19908.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

4.4.2. *Проведение анализа*

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 40 см^3 воды.

В прокаленную до постоянной массы и взвешенную кварцевую чашу (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают 30 см^3 азотной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 5 мин.

Затем осторожно, по каплям, в чашу прибавляют приготовленный анализируемый раствор. Полученный раствор охлаждают, прибавляют 2 см^3 раствора серной кислоты и выпаривают сначала на водяной, а затем на песчаной бане до удаления паров серной кислоты. Остаток прокаливают в муфельной печи при 800 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 2 мг,

для препарата чистый — 10 мг.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение массы остатка после прокаливания в применяемых количествах азотной и серной кислоты и при их обнаружении в результат определения вносят поправку.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 25 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ± 10 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.3.1—4.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.5. Определение массовой доли свободной соляной кислоты

4.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретки 6—2—2, 7—2—3 по НТД.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 4(5)—2—1 по НТД.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Бромфеноловый синий (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

4.5.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 15 см^3 воды, прибавляют 0,3 см^3 раствора бромфенолового синего, перемешивают и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до первого изменения окраски раствора.

4.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю свободной соляной кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00365 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески препарата, г;

0,00365 — масса соляной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,02 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,01 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.5.1—4.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.6. Определение массовой доли хлористого аммония

4.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1(2)—2—25—0,1 по НТД.

Воронка ВК-100 ХС по ГОСТ 25336.

Каплеуловитель КО-60 ХС по ГОСТ 25336.

Колба К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—250—34 по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-3—300(400) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись, раствор с массовой долей 10 %, не содержащий аммония; готовят по ГОСТ 4517.

Индикатор смешанный метилового красного и метиленового голубого; готовят по ГОСТ 4919.1.

4.6.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в круглодонную колбу и растворяют в 30 см^3 воды. К раствору прибавляют 10 см^3 азотной кислоты и осторожно нагревают до начала бурной реакции.

По окончании реакции раствор охлаждают, колбу закрывают пробкой, в которую вставлена капельная воронка и каплеуловитель, соединенный с холодильником. Через капельную воронку к раствору прибавляют цилиндром 70 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 10 % и отгоняют $^3/_4$ объема в коническую колбу, содержащую 25 см^3 раствора серной кислоты, отмеренных бюреткой. Избыток кислоты оттитровывают раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 в присутствии раствора метилового красного или смешанного индикатора.

4.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлористого аммония (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}00535 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора серной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, добавленный в коническую колбу, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на обратное титрование, см^3;

m — масса навески препарата, г;

0,00535 — масса хлористого аммония, соответствующая 1 см^3 раствора серной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,05 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.7. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 50 см^3 и растворяют в 10 см^3 воды. В выпарительную чашку 1 (ГОСТ 9147) помещают 3 см^3 азотной кислоты (ГОСТ 4461) и нагревают в течение 5 мин на водяной бане, затем осторожно, по каплям, в чашку прибавляют анализируемый раствор, 1 см^3 раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 1 %, перемешивают, выпаривают на водяной бане досуха и выдерживают еще 30 мин.

Сухой остаток растворяют в 1 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % и 5 см^3 воды. Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, в коническую колбу вместимостью 50 см^3 (с меткой на 26 см^3), фильтр промывают 2—3 раза водой порциями по 5 см^3, объем фильтрата доводят водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.8. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в 20 см^3 воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом фотометрически, не прибавляя раствор соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,006 мг,

для препарата чистый — 0,014 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Допускается проводить определение роданидным методом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят сульфосалициловым методом фотометрически.

4.9. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485 визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде из навески препарата массой 1,00 г.

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

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

для препарата чистый — 0,001 мг As

и соответствующие количества реактивов.

4.6.1—4.9. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

4.10.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—100—22 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 6(7)—2—5(10) по НТД.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода сероводородная; готовят по ГОСТ 4517, свежеприготовленная.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 10 %.

Раствор массовой концентрации Pb 1 мг/см^3; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации Pb 0,01 мг/см^3.

4.10.2. *Проведение анализа*

5,00 г препарата помещают в коническую колбу (с притертой или резиновой пробкой), растворяют в 35 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 раствора 3-водного уксуснокислого натрия, 10 см^3 сероводородной воды (в вытяжном шкафу), перемешивают и закрывают колбу пробкой.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин на фоне молочного стекла окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг Pb,

для препарата чистый — 0,050 мг Pb,

5 см^3 раствора 3-водного уксуснокислого натрия и 10 см^3 сероводородной воды.

4.10.1, 4.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-4.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII, не более 10 кг.

Транспортная маркировка тары — по ГОСТ 14192 с нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9163).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие гидрохлорида гидроксиламина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — два года со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.05.79 № 1981

3. Стандарт соответствует МС ИСО 6353-2—83, Р15 в части технических требований для продукта квалификации ч.д.а.

4. ВЗАМЕН ГОСТ 5456—65

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	4.7
ГОСТ 199—78	4.10.1
ГОСТ 1770—74	4.2.1, 4.3.1, 4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.10.1
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.1, 5.1
ГОСТ 4204—77	4.2.1, 4.4.1, 4.6.1
ГОСТ 4212—76	4.10.1
ГОСТ 4328—77	4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 4461—77	4.4.1, 4.6.1, 4.7
ГОСТ 4517—87	4.2.1, 4.4.1, 4.6.1, 4.10.1
ГОСТ 4919.1—77	4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 6709—72	4.2.1, 4.3.1, 4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.10.1
ГОСТ 9147—80	4.7
ГОСТ 10485—75	4.9
ГОСТ 10555—75	4.8
ГОСТ 10671.5—74	4.7
ГОСТ 14192—96	5.1
ГОСТ 19433—88	5.1
ГОСТ 19908—90	4.4.1
ГОСТ 20490—75	4.2.1
ГОСТ 25336—82	4.2.1, 4.3.1, 4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.10.1
ГОСТ 25794.1—83	4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 25794.2—83	4.2.1
ГОСТ 27025—86	4.1а

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ИЗДАНИЕ (август 2002 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС 11—89)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 02.10.2002. Подписано в печать 25.10.2002. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,83.
Тираж 142 экз. С 7919. Зак. 942.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102