

Вн. содм и 1/иус 6-86/

22159-76



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ГИДРАЗИН СОЛЯНОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 22159-76

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

РАЗРАБОТАН ВНИИ химических реактивов и особо чистых химических веществ (ИРЕА)

Зам. директора Г. В. Грязнов
Руководители темы: В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг
Исполнители темы: З. М. Ривина, Э. П. Кравчук

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии В. Ф. Ростунов

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор А. В. Гличев

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 сентября 1976 г. № 2097

ОБЩЕСТВО
С ОГРАНИЧЕННОЙ
ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ

Реактивы
ГИДРАЗИН СОЛЯНОКИСЛЫЙ
Технические условия

ГОСТ
22159—76

Reagents. Hydrazine hydrochloride. Specifications

Взамен
ГОСТ 5.580—70

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 сентября 1976 г. № 2097 срок действия установлен *с 01.12. 1976 г.*

до 01.12. 1981 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на солянокислый гидразин, представляющий собой кристаллический порошок белого цвета, растворимый в воде; ядовит.

Формулы: эмпирическая $N_2H_5Cl_2$
структурная $H_2N-NH_2 \cdot 2HCl$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 104,97.

Стандарт полностью соответствует рекомендации СЭВ РС 3617—72.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По физико-химическим показателям солянокислый гидразин должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.)	Чистый (ч.)
1. Солянокислый гидразин ($N_2H_5Cl_2$), %, не менее	99,5	98,5
2. Свободная соляная кислота (HCl), %, не более	0,1	0,5
3. Нерастворимые в воде вещества, %, не более	0,005	0,010
4. Остаток после прокаливания, %, не более	0,05	0,05
5. Сульфаты (SO_4), %, не более	0,002	0,005
6. Железо (Fe), %, не более	0,0005	0,0010
7. Тяжелые металлы (Pb), %, не более	0,001	0,002

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73.

Масса средней пробы не должна быть менее 200 г.

3.2. Определение содержания солянокислого гидразина

3.2.1. *Применяемые растворы и реактивы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

йод по ГОСТ 4159—64, 0,1 н. раствор;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1 %-ный раствор;

натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—66.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 50 мл воды, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

10 мл полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 15 мл воды, 1 г двууглекислого натрия и медленно титруют раствором йода до появления желтой окраски раствора, не исчезающей в течение 5 мин.

3.2.3. *Обработка результатов*

Содержание солянокислого гидразина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V - 0,002624 \cdot 10 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора йода, израсходованный на титрование, мл;

m — масса навески препарата, г;

0,002624 — количество солянокислого гидразина, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора йода, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

Допускается проводить определение с добавлением 1 мл раствора крахмала.

3.3. Определение содержания свободной соляной кислоты

3.3.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

метилловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64, 0,1 %-ный раствор;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 1 н. раствор.

3.3.2. Проведение анализа

Около 3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 100 мл воды и титруют раствором едкого натра, применяя в качестве индикатора раствор метилового оранжевого.

3.3.3. Обработка результатов

Содержание соляной кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \left[\frac{V \cdot 0,1050 \cdot 100}{m} - X \right] \times 0,3473,$$

где V — объем точно раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;

m — масса навески препарата, г;

X — содержание солянокислого гидразина, найденное по п. 3.2.3, %;

0,1050 — количество солянокислого гидразина, соответствующее 1 мл точно 1 н. раствора едкого натра, г;

0,3473 — коэффициент пересчета солянокислого гидразина на соляную кислоту.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01 %.

3.4. Определение содержания нерастворимых в воде веществ

3.4.1. Применяемые реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.4.2. Проведение анализа

20 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 300 мл и растворяют в 100 мл горячей дистиллированной воды при перемешивании.

Горячий раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают 100 мл горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2 мг.

3.5. Определение остатка после прокаливания

3.5.1. Применяемая аппаратура и реактивы:

тигель фарфоровый по ГОСТ 9147—73;

кислота серная по ГОСТ 4204—66;

печь муфельная;

баня песчаная.

3.5.2. Проведение анализа

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Тигель с содержимым нагревают на песчаной бане до полного разложения препарата, затем охлаждают. Остаток обрабатывают 1 мл 20%-ного раствора серной кислоты, снова выпаривают до удаления паров серной кислоты и прокаливают в муфельной печи при 600—700°C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливания не будет превышать 2,5 мг.

3.6. Определение содержания сульфатов

3.6.1. Применяемые реактивы и растворы:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота азотная по ГОСТ 4461—67, х. ч.;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63, 1%-ный раствор;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

3.6.2. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 50 мл и растворяют в 5 мл воды.

К раствору прибавляют 3 мл концентрированной азотной кислоты, 0,5 мл раствора безводного углекислого натрия, перемешивают и выпаривают на кипящей водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 3 мл раствора соляной кислоты и снова выпаривают на кипящей водяной бане досуха.

Остаток растворяют в 1 мл раствора соляной кислоты и 5 мл воды. Раствор переносят в колориметрический стаканчик (с меткой на 26 мл), объем раствора доводят водой до метки и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), не прибавляя раствор соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг SO_4 ,

для препарата чистый — 0,05 мг SO_4 ,
1 мл раствора соляной кислоты, 3 мл раствора крахмала и 3 мл раствора хлористого бария.

При необходимости в результат определения вносят поправку на содержание сульфатов в применяемых количествах азотной и раствора соляной кислот, найденную контрольным опытом.

3.7. Определение содержания железа

3.7.1. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10555-75. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл), растворяют в 20 мл воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

Допускается проводить определение с α , α' -дипиридилем. При разногласиях в оценке содержания железа анализ проводят сульфосалициловым методом.

3.8. Определение содержания тяжелых металлов

3.8.1. Проведение анализа

Определение содержания тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319-71.

При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 30 мл) и растворяют в 20 мл воды. Полученный раствор нейтрализуют раствором аммиака в присутствии лакмусовой бумажки, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят сероводородным методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг Pb,

для препарата чистый — 0,04 мг Pb.

1 мл уксусной кислоты, 1 мл раствора уксуснокислого аммония и 10 мл сероводородной воды.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885-73.

Вид упаковки: Бо-3л, Бо-5л, Бо-6.

Группа фасовки: III, IV, V.

4.2. На банках должна быть наклеена отдельная этикетка желтого цвета с надписью «Яд».

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

4.4. Препарат хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие солянокислого гидразина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления. По истечении указанного срока солянокислый гидразин перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Солянокислый гидразин ядовит. Вызывает раздражение слизистых оболочек верхних дыхательных путей и глаз, нарушение функций центральной нервной системы, изменение состава крови, поражение внутренних органов (печени), обладает коммулятивным действием. Предельно допустимая концентрация $0,1 \text{ мг/м}^3$.

6.2. При работе с солянокислым гидразином необходимо пользоваться промышленным противогазом марки А, защитными герметическими очками, резиновыми перчатками, спецодеждой, а также соблюдать правила личной гигиены.

6.3. На рабочем месте необходимо иметь средства пожаротушения: огнетушитель, асбестовое полотно, песок.

6.4. Для исключения попадания солянокислого гидразина в рабочую зону производственные помещения должны быть оборудованы эффективной приточно-вытяжной вентиляцией.

Редактор А. С. Пиеничная
Технический редактор Н. С. Гришанова
Корректор И. Л. Асауленко

Изменение № 1 ГОСТ 22159—76 Реактивы. Гидразин солянокислый. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.86 № 452 срок введения установлен

с 01.09.86

Наименование стандарта. Заменить слово: «солянокислый» на «дигидрохлорид»: «hydrochloride» на «dihydrochloride».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 1351 0030 10.

По всему тексту стандарта заменить единицу и слова: мл на см³, «содержание» на «массовая доля», «солянокислый» на «дигидрохлорид».

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «ядовит»;

дополнить абзацем (после первого): «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества»;

последний абзац исключить.

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Технические требования»

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

1.2. По химическим показателям дигидрохлорид гидразина должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателей	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1351 0032 08	Чистый (ч.) ОКП 26 1351 0031 09
1. Массовая доля дигидрохлорида гидразина ($N_2H_6Cl_2$), %, не менее	99,5	98,5
2. Массовая доля свободной соляной кислоты (HCl), %, не более	0,1	0,5
3. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010
4. Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более	0,05	0,05
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,005
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,002

Стандарт дополнить разделом — 2а (перед разд. 2):

2а. Требования безопасности

2а.1. Дигидрохлорид гидразина относится к веществам I-го класса опасности (ГОСТ 12.1.005—76). Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны — 0,1 мг/м³.

Дигидрохлорид гидразина вызывает раздражение слизистых оболочек верхних дыхательных путей и глаз, нарушение функций центральной нервной системы, изменение состава крови, поражение внутренних органов (печени), обладает кумулятивным действием.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

(Продолжение см. с. 212)

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77».

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить значение: 200 г на 275 г.

Пункты 3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.6.1. Наименование. Исключить слово: «Применяемые».

Пункт 3.2.1. Второй абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 4159—64, 0,1 н. раствор» на «по ГОСТ 4159—79, раствор концентрации $c(1/2 J_2) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83»;

третий абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «0,5 %-ный раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

последний абзац изложить в новой редакции: «натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201—79».

Пункт 3.2.2. Первый абзац до слова: «помещают» изложить в новой редакции: «Около 1,0000 г препарата»;

второй абзац. Заменить слово: «двууглекислого» на «кислого углекислого».

Пункт 3.2.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции: «где V — объем раствора йода концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,002624 — масса дигидрохлорида гидразина, соответствующая 1 см³ раствора йода концентрации точно 0,1 моль/дм³, г»;

предпоследний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Второй абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 10816—64, 0,1 %-ный раствор» на «0,1 %-ный раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

третий абзац изложить в новой редакции: «натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(NaOH) = 1$ моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83».

Пункт 3.3.2 до слова «помещают» изложить в новой редакции: «Около 3,0000 г препарата»; заменить слова: «едкого натра» на «гидроокиси натрия».

Пункт 3.3.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции:

«где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

X — массовая доля дигидрохлорида гидразина, найденная по п. 3.2.3, %;

0,1050 — масса дигидрохлорида гидразина, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, г;

0,3473 — коэффициент пересчета дигидрохлорида гидразина на соляную кислоту».

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82».

Пункт 3.4.2. Первый абзац до слова «помещают» изложить в новой редакции: «20,00 г препарата»;

второй абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г» на «с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 3.5 изложить в новой редакции (пункты 3.5.1, 3.5.2 исключить): «3.5. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов)».

Определение проводят по СТ СЭВ 434—77. При этом 5,00 г препарата предварительно нагревают без серной кислоты до полного разложения препарата и прокалывают остаток с 1 см³ 20 %-ного раствора серной кислоты до постоянной массы при 600—700 °С».

Пункт 3.6.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 83—63 на ГОСТ 83—79, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77;

третий абзац. Исключить слово: «безводный».

(Продолжение изменения к ГОСТ 22159—76)

Пункт 3.6.2. Первый абзац до слова «помещают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1,00 г препарата»; второй абзац. Исключить слово: «безводного»; последний абзац. Заменить слова: «количествах азотной и раствора» на «объемах азотной и».

Пункт 3.7.1. Исключить слова: «3.7.1. Проведение анализа»; первый абзац до слова «помещают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10555—75.

При этом 2,00 г препарата»; второй абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса», последний абзац. Заменить слова: «с α , α' -дипиридилом» на «2,2'-дипиридиловым методом».

(Продолжение см. с. 214)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22159—76)

Пункт 3.8.1. Исключить слова: «3.8.1. Проведение анализа»; первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 17319—71 на ГОСТ 17319—76; второй абзац до слова «помешают» изложить в новой редакции: «При этом 2,00 г препарата».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2т-2, 2т-4, 2т-9».

Пункт 4.2 исключить.

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие дигидрохлорида гидразина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления».

Раздел 6 исключить.

(ИУС № 6 1986 г.)