ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ДИФЕНИЛКАРБАЗИД

ГОСТ 5859—70

Издание официальное

Цена 3 коп.

КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ, МЕР
И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР
Москва

РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским институтом химических реактивов и особо чистых химических веществ (ИРЕА)

Зам. директора по научной работе Крысин Е. П.
Руководители темы — Ускова Л. Е., Ротенберг И. Л.
Исполнители — Комиссаренко Л. Д., Баринова Т. И., Пославская К. Д.

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
Член Коллегии Жиряков В. Г.

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Отделом химии и нефтепродуктов Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР

Начальник отдела Поволоцкий Л. И.
Ст. инженер Иванова Г. К.

Отделом химии и нефтепродуктов Всесоюзного научно-исследовательского института стандартизации (ВНИИС)

Начальник отдела Медведева Т. В.
Ст. научный сотрудник Мельникова Г. Л.

УТВЕРЖДЕН Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 12 декабря 1969 г. (протокол № 199)

Председатель научно-технической Комиссии зам. председателя Комитета Милованов А. П.
Члены комиссии — Антоновский А. И., Гаркаленко К. И., Медведева Т. В., Поволоцкий Л. И.

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 26 февраля 1970 г. № 231

УДК 547.622'498-41 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ДИФЕНИЛКАРБАЗИД

Reagents. Diphenylcarbazide

ГОСТ 5859—70

Взамен
ГОСТ 5859—51

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 26/II 1970 г. № 231 срок введения установлен

с 1/VII 1971 г.

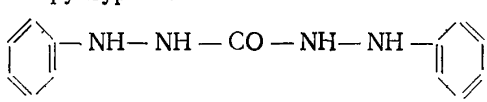
Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на дифенилкарбазид, представляющий собой почти бесцветные кристаллы, в массе — белого или слабо-розового цвета; растворим в спирте (при нагревании), ацетоне и ледяной уксусной кислоте.

Формулы: эмпирическая —

$$C_{13}H_{14}N_4O$$

структурная: —



Молекулярный вес (по международным атомным весам 1967 г.) — 242,28.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ РС 1746—69.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Дифенилкарбазид должен соответствовать требованиям и кормам, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы
	Чистый для анализа (ч. д. а.)
1. Чувствительность к иону Cr^{6+}	0,00006 *мг* Cr в 5*мл*
2. Чувствительность к иону Hg^{2+}	0,001 *мг* Hg в 5*мл*
3. Дифенилкарбазон и другие органические примеси	Должен выдерживать испытание по п. 2.4
4. Растворимость в спирте	Должен выдерживать испытание по п. 2. 5
5. Остаток после прокаливания в виде сульфатов в %, не более	0,05

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—66. Общий вес средней отобранной пробы должен быть не менее 15 *г*.

2.2. Определение чувствительности к иону хрома

2.2.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

дифенилкарбазид по настоящему стандарту; 1%-ный спиртовой раствор готовят следующим образом: 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в колбу вместимостью 200—250 *мл* и растворяют в 100 *мл* этилового спирта при нагревании на водяной бане до полного растворения препарата; раствор применяют свежеприготовленным;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, 25%-ный раствор;

раствор, содержащий Cr^{6+}, готовят по ГОСТ 4212—62 (п. 69); соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,0001 *мг/мл* Cr^{6+};

спирт этиловый ректификованный (гидролизный) высшей очистки.

2.2.2. *Проведение испытания*

В четыре одинаковые пробирки из бесцветного стекла типа ПНШ вместимостью 10—20 *мл* (ГОСТ 10515—63) помещают: в первую 0,00006 *мг* Cr^{6+}, во вторую — 0,00012 *мг* Cr^{6+}, в третью — 0,00018 *мг* Cr^{6+}, в четвертую — 0,00024 *мг* Cr^{6+} (соответственно — 0,6; 1,2; 1,8; 2,4 *мл* раствора, содержащего 0,0001 *мг/мл* Cr^{6+}). Пятую пробирку оставляют для контрольного раствора.

Во всех пробирках объемы растворов доводят водой до 4,5 *мл*, прибавляют по 0,25 *мл* раствора соляной кислоты, перемешивают, прибавляют по 0,25 *мл* раствора препарата и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 5 *мин* в проходящем свете на фоне молочного стекла светло-фиолетовая окраска раствора в первой пробирке бу-

дет заметно отличаться от окраски контрольного раствора, и во всех пробирках градация интенсивности окрасок будет отчетливо видна.

2.3. Определение чувствительности к иону ртути

2.3.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

дифенилкарбазид по настоящему стандарту, 1%-ный спиртовой раствор готовят по п. 2.2.1.

кислота азотная по ГОСТ 4461—67, 25%-ный раствор;

ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520—68; раствор, содержащий 1 *мг* Hg^{2+} в 1 *мл*, готовят следующим образом: навеску окисной азотнокислой ртути с известным содержанием Hg (соответствующую 1 *г* Hg) взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают в стаканчик вместимостью 50 *мл* и растворяют в 10 *мл* воды и 1,5 *мл* раствора азотной кислоты. Раствор нагревают до кипения, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,001 *мг/мл* Hg^{2+}. Разбавленные растворы должны быть свежеприготовленными.

2.3.2. *Проведение испытания*

В четыре одинаковые пробирки из бесцветного стекла типа ПНШ вместимостью 10—20 *мл* (ГОСТ 10515—63) помещают: в первую — 0,001 *мг* Hg^{2+}, во вторую — 0,002 *мг* Hg^{2+}, в третью — 0,003 *мг* Hg^{2+} и в четвертую — 0,004 *мг* Hg^{2+} (соответственно — 1, 2, 3 и 4 *мл* раствора, содержащего 0,001 *мг/мл* Hg^{2+}). Пятую пробирку оставляют для контрольного раствора.

Во всех пробирках объемы растворов доводят водой до 4,75 *мл*, перемешивают, прибавляют по 0,25 *мл* раствора препарата и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 5 *мин* в проходящем свете на фоне молочного стекла светло-фиолетовая окраска раствора в первой пробирке будет заметно отличаться от окраски контрольного раствора, и во всех пробирках градация интенсивности окрасок будет отчетливо видна.

2.4. Испытание на дифенилкарбазон и другие органические примеси

2.4.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

железо хлорное по ГОСТ 4147—65;

кислота серная по ГОСТ 14262—69 особой чистоты или по ГОСТ 4204—66 х. ч., перегнанная в приборе из кварцевого стекла;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67,0,5 н раствор;

кобальт хлористый по ГОСТ 4525—68;

медь сернокислая по ГОСТ 4165—68;

раствор для приготовления эталонного раствора сравнения окраски (раствор Д) готовят из растворов А, В, С следующим образом:

раствор А — 5 *г* хлорного железа растворяют в растворе соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 *мл*;

раствор В — 6,5 *г* хлористого кобальта растворяют в растворе соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 *мл*;

раствор С — 6,5 *г* сернокислой меди растворяют в растворе соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 *мл*;

раствор Д — к 17,5 *мл* раствора А прибавляют 6,5 *мл* раствора В, 2,5 *мл* раствора С и перемешивают.

эталонный раствор для сравнения окраски готовят следующим образом: в пробирку, из бесцветного стекла диаметром 21 *мм* (ГОСТ 10515—63) помещают 1,5 *мл* раствора Д, прибавляют 18,5 *мл* воды и перемешивают.

2.4.2. *Проведение испытания*

0,1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,001 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 50 *мл* и растворяют в 20 *мл* серной кислоты при перемешивании. Затем раствор переливают в пробирку из бесцветного стекла типа ПХ диаметром 21 *мм* (ГОСТ 10515—63).

Препарат считают соответствующим стандарту, если испытуемый раствор при наблюдении в проходящем свете на фоне молочного стекла не будет иметь розовой окраски (дифенилкарбазон) и не будет темнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым в такой же пробирке.

2.5. Определение растворимости в спирте

0,1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,001 *г*, помещают в пробирку типа ПХ диаметром 12 *мм* (ГОСТ 10515—63) и растворяют при нагревании на водяной бане в 20 *мл* этилового ректификованного (гидролизного) спирта высшей очистки.

Препарат считают соответствующим стандарту, если раствор будет прозрачным.

2.6. Определение остатка после прокаливания в виде сульфатов

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в фарфоровый тигель, прокаленный до постоянного веса и взвешенный с точностью до 0,0002 *г*, и смачивают 1 *мл* серной кислоты (ГОСТ 4204—66). Тигель нагревают на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты и прокаливают в муфельной печи при 600—700°С до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес остатка после прокаливания не будет превышать 1 *мг*.

3. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

3.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—66.

Вид упаковки: Бо-1, Бо-3п, Бо-5п, ПРо-1, ПРо-3п, ПРо-5п.

Группа фасовки: I, II, III, не более 50 *г*.

Сдано в наб. 30/III 1970 г. Подп. в печ. 12/V 1970 г. 0,5 п. л. 9000

Москва. Издательство стандартов, К-1, ул Щусева, 4.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 174