ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ТИОМОЧЕВИНА

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 6344—73

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО УПРАВЛЕНИЮ КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.496.3-41:006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ТИОМОЧЕВИНА

Технические условия

Reagents. Thiourea. Specifications

ГОСТ 6344—73

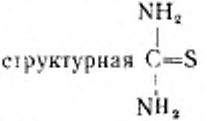
ОКП 26 3654 0760 08

Срок действия с 01.01.75
до 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на тиомочевину, представляющую собой блестящие бесцветные кристаллы. Тиомочевина хорошо растворима в воде и растворима при нагревании в спирте.

Формулы: эмпирическая CH_4N_2S.

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 76,12.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Тиомочевина должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По физико-химическим показателям тиомочевина должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

★

© Издательство стандартов, 1973
© Издательство стандартов, 1991
Переиздание с изменениями

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) 26 3654 0163 05	Чистый для анализа (ч. д. а.) 26 3654 0762 06	Чистый (ч.) 26 3654 0761 07
1. Массовая доля тиомочевины (CH_4N_2S), %, не менее	99,0	98,0	97,5
2. Температура плавления, °С, не ниже (препарат должен плавиться в интервале 2 °С)	174	173	Не нормируется
3. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005	0,010
4. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,005	0,010	0,020
5. Массовая доля роданидов (CNS), %, не более	0,005	0,010	0,010
6. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0020	0,0050
7. Чувствительность к Bi (0,025 мг Bi в 50 $см^3$ раствора) по оптической плотности, не менее	0,05	0,05	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. *Общие указания по проведению анализа* — по ГОСТ 27025—86.

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 и ценой деления 10 мг или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73.

Масса средней пробы не должна быть менее 300 г.

3.2. Определение массовой доли тиомочевины

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

бюретка 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82;

пипетка 6(7)—2—5(10) и 2—2—5 по ГОСТ 20292—74;

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74;

аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор концентрации c (NH_4CNS) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83;

коэффициент поправки раствора устанавливают по раствору 1-водной азотнокислой ртути (II);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

квасцы железоаммонийные, насыщенный раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей 25 %;

ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520 78, раствор концентрации c (1/2Hg (NO_3)$_2$·H_2O) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,2000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты, 5 см³ раствора роданистого аммония, 2 см³ раствора железоаммонийных квасцов, перемешивают и титруют раствором 1-водной азотнокислой ртути до полного исчезновения красной окраски раствора.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю тиомочевины (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}007612 \cdot 100}{m},$$

V_1 — объем раствора 1-водной азотнокислой ртути (II) концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

V_2 — объем раствора роданистого аммония концентрации точно 0,1 моль/дм³, прибавленный к анализируемому раствору, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,007612 — масса тиомочевины, соответствующая 1 см³ раствора 1-водной азотнокислой ртути (II) концентрации точно 0,1 моль/дм³, 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 ±0,7 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Температуру плавления определяют по ГОСТ 18995.4—73, скорость нагревания 2—3 °С в минуту (препарат плавится с разложением).

3.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.4.1. *Реактивы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82;

стакан В (Н)-1—600 по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770—74.

3.4.2. *Проведение анализа*

40,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 400 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение часа. 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 см³ 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 «химически чистый» — 0,8 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 2,0 мг,

для препарата «чистый» — 4,0 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±50 % для препарата квалификации «химически чистый», ±30 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±20 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.5. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

3.5.1. *Реактивы и посуда:*

кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 20 %;

тигель по ГОСТ 9147—80.

3.5.2. *Проведение анализа*

20,00 г препарата помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), нагревают на песчаной бане до расплавления и продолжают осторожно нагревать до затвердения вещества.

К охлажденному остатку в тигле прибавляют 0,5 см³ раствора серной кислоты, выпаривают на водяной бане, затем нагревают на песчаной бане до удаления паров серной кислоты и прокаливают в муфельной печи при 600—700 °С до постоянной массы.

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

для препарата «химически чистый» — 1 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 2 мг,

для препарата «чистый» — 4 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±50 % для препарата квалификации «химически чистый», ±30 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±20 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.6. Определение массовой доли роданидов

3.6.1. *Реактивы, растворы и приборы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта;

квасцы железоаммонийные, насыщенный раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77;

раствор, содержащий CNS; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см³ CNS;

тиомочевина, не содержащая роданидов; готовят трехкратной перекристаллизацией следующим образом: 100 г тиомочевины по настоящему стандарту растворяют при нагревании в 300 см³ воды и фильтруют. Фильтрат быстро охлаждают при перемешивании, выпавшие кристаллы отфильтровывают под вакуумом через воронку Бюхнера (ГОСТ 9147—80) и трижды промывают спиртом. Полученные кристаллы еще раз перекристаллизовывают из 100 см³ воды, как указано выше, включая и промывку спиртом. Кристаллы, полученные при второй кристаллизации, перекристаллизовывают третий раз из 50 см³ воды, полученные кристаллы промывают спиртом;

фотоколориметр типа ФЭК-56 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

3.6.2. *Построение градуировочного графика*

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы помещают растворы, содержащие в 20 см³ соответственно 0,010; 0,025;

0,050 и 0,075 мг CNS. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий CNS. В каждый раствор прибавляют по 0,5 г тиомочевины; не содержащий CNS, по 0,2 см³ раствора соляной кислоты, по 0,2 см³ раствора железоаммонийных квасцов и перемешивают.

Объемы растворов доводят водой до метки, перемешивают и сразу же измеряют величину оптической плотности по отношению к воде в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, пользуясь синим светофильтром № 4 (длина волны $\lambda = 434$ нм).

Из величин оптических плотностей растворов сравнения вычитают величину оптической плотности контрольного раствора.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенные в растворы сравнения массы CNS в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им величины оптических плотностей.

Градуировочный график проверяют один раз в три месяца, а также при замене реактивов или фотоколориметра.

3.6.3. *Проведение анализа*

0,50 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 25 см³ воды, прибавляют 0,2 см³ раствора соляной кислоты, фильтруют, прибавляют 0,2 см³ раствора железоаммонийных квасцов, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и сразу же измеряют величину оптической плотности анализируемого раствора по отношению к воде так же, как при построении градуировочного графика. Затем по графику находят массу роданидов в анализируемом растворе.

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

для препарата «химически чистый» — 0,025 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 0,050 мг,

для препарата «чистый» - - 0,050 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускается заканчивать определение визуально-колориметрически.

При разногласиях в оценке содержания роданидов анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. Для этого 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 30 см³ воды. Далее определение проводят сероводородным методом.

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

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг Pb,

для препарата «чистый для анализа» — 0,04 мг Pb,

для препарата «чистый» — 0,10 мг Pb,

1 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония и 10 см³ сероводородной воды.

3.8. Определение чувствительности к висмуту по оптической плотности

3.8.1. *Реактивы, растворы и приборы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей 25 %;

раствор, содержащий Bi; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см³ Bi;

фотоколориметр типа ФЭК-56 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

колба 2-50—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетки 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74;

цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

3.8.2. *Проведение анализа*

Готовят растворы сравнения. Для этого в четыре мерные колбы помещают растворы, содержащие в 20 см³ соответственно 0,025, 0,050 и 0,075 мг Bi. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий Bi. В каждый раствор прибавляют по 5 см³ раствора азотной кислоты, по 20 см³ раствора анализируемой тиомочевины с массовой долей 10 %, доводят объем растворов водой до метки, перемешивают и измеряют величину оптической плотности по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, пользуясь синим светофильтром № 4 (длина волны λ=434 нм).

По полученным данным строят график, откладывая по оси абсцисс введенные в растворы сравнения массы Bi в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им величины оптических плотностей.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если график будет представлять прямую линию, а величина оптической плотности раствора, содержащего 0,025 мг Bi, будет не менее 0,05.

Допускается заканчивать определение визуально-колориметрически, при этом раствор, содержащий 0,025 мг Bi, по окраске дол-

жен отчетливо отличаться от контрольного раствора, и градация окрасок во всех растворах сравнения должна быть отчетливо заметна.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1»;

Группа фасовки: III, IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

4.3. Транспортную тару маркируют по ГОСТ 14192—77 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, шифр группы 6163, серийный номер ООН 2877).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие тиомочевины требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны тиомочевины - 0,3 мг/м^3 (2-го класса опасности) по ГОСТ 12.1.005—88. Предельно допустимая концентрация в воде культурно-питьевого использования — 0,03 мг/дм^3, лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

6.2. Индивидуальными средствами защиты являются респираторы, лепесток «Астра», защитные очки, резиновые перчатки, спецодежда.

6.3. Помещения, в которых проводят работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно вытяжной вентиляцией. Анализ препарата проводят в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. П. Чуб, Л. К. Хайдукова, В. К. Окунева, А. И. Андреева, Г. В. Грязнов, В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг, В. Н. Смородинская, К. П. Лесина, Л. В. Кидиярова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.10.73 № 2352

3. ВЗАМЕН ГОСТ 6344—52

4. 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	6.1	ГОСТ 9147—80	3.5.1, 3.6.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.4.1, 3.6.1, 3.8.1	ГОСТ 14192—77	4.3
ГОСТ 3118—77	3.6.1	ГОСТ 17319—76	3.7
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 18300—87	3.6.1
ГОСТ 4204—77	3.5.1	ГОСТ 18995.4—73	3.3
ГОСТ 4212—76	3.6.1, 3.8.1	ГОСТ 19433—88	4.3
ГОСТ 4461—77	3.2.1, 3.6.1, 3.8.1	ГОСТ 20292—74	3.2.1, 3.6.1, 3.8.1
ГОСТ 4520—78	3.2.1	ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.4.1, 3.8.1, 3.12.1
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1, 3.6.1	ГОСТ 25794.3—83	3.2.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.4.1, 3.6.1, 3.8.1	ГОСТ 27025—86	3.1а
		ГОСТ 27067—86	3.2.1

5. Срок действия продлен до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 27.06.89 № 2096

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1979 г., в июне 1989 г. (ИУС № 9—79, 11—89)

Редактор *Н П Щукина*
Технический редактор *Л Я Митрофанова*
Корректор *А. И. Зюбан*

Сдано в наб. 25.03.91 Подп. в печ. 21.05.91 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,63 уч.-изд. л.
Тираж 3000 Цена 25 к.

gost.e-ecolog.ru

«Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256, Зак. 634