ГОСТ 6691—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАРБАМИД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.495.2—41:006.354 Группа Л52

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы

КАРБАМИД

Технические условия

Reagents. Urea. Specifications

ГОСТ 6691—77

МКС 71.040.30
ОКП 26 3654 0570 01

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на реактив — карбамид, который представляет собой бесцветные кристаллы или белый кристаллический порошок. Карбамид хорошо растворим в воде, этаноле и метаноле, гигроскопичен.

Формулы: эмпирическая CH_4ON_2,

структурная $O = C \begin{cases} NH_2 \\ NH_2 \end{cases}$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 60,06.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям карбамид должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а) ОКП 26 3654 0572 10	Чистый (ч.) ОКП 26 3654 0571 00
1. Массовая доля карбамида (CH_4ON_2), %, не менее	99,8	99,0
2. Температура плавления, °С	132,7 ± 1	$132{,}7^{+1{,}0}_{-1{,}5}$

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1988
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Окончание табл.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а) ОКП 26 3654 0572 10	Чистый (ч.) ОКП 26 3654 0571 00
3. Массовая доля веществ, нерастворимых в воде, %, не более	0,003	0,01
4. Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более	0,01	0,01
5. **(Исключен, Изм. № 2).**		
6. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,001	0,005
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,001
8. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0005
9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,001
10. Массовая доля свободного аммиака (NH_3), %, не более	0,005	0,005
11. Массовая доля биурета, %, не более	0,1	0,4
12. **(Исключен, Изм. № 2).**		

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовые доли веществ, нерастворимых в воде, остатка после прокаливания и свободного аммиака изготовитель определяет периодически в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При выполнении взвешивания используют лабораторные весы по ГОСТ 24104* 2-го или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 600 г.

3.2. Определение массовой доли карбамида

3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка вместимостью 50 $см^3$.

Капельница 2—50 ХС или 3—7 11 ХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные вместимостью 1 и 5 $см^3$.

Стаканчик для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 3(1)—50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

---

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый красный (индикатор), раствор с массовой долей метилового красного 0,2 % в растворе этилового спирта с массовой долей 60 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы концентраций c (NaOH) = 5 моль/дм^3 (5 н.), c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н.) и c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), растворы концентраций c (NaOH) = 1 моль/дм^3 и c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.1.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор 1:1, предварительно нейтрализованный раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм^3, по раствору фенолфталеина до появления не исчезающей в течение 20 с розовой окраски, наблюдаемой на фоне молочного стекла.

Фенолфталеин (индикатор), кристаллический и спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1 % (готовят по ГОСТ 4919.1).

Тимолфталеин (индикатор).

Смешанный индикатор; готовят следующим образом: 0,5 г фенолфталеина и 0,5 г тимолфталеина растворяют в 100 см^3 этилового спирта.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта и раствор с массовой долей 60 %.

3.2.2. Проведение анализа

Около 1,0000 г препарата помещают в коническую колбу, смывая 2—3 см^3 воды с горла и стенок колбы прилипшие частицы препарата, и прибавляют 5 см^3 концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы перемешивают и осторожно нагревают до прекращения бурного выделения пузырьков углекислого газа. Затем усиливают нагрев до слабого кипения жидкости и продолжают нагревать до полного прекращения выделения отдельных пузырьков углекислого газа. Затем содержимое колбы охлаждают, прибавляют 50 см^3 воды, перемешивают, прибавляют 1—2 капли раствора метилового красного и нейтрализуют избыток кислоты раствором гидроокиси натрия концентрации 5 моль/дм^3 до перехода розовой окраски раствора в желтую. Затем добавляют по каплям раствор серной кислоты 0,5 моль/дм^3 до появления вновь розовой окраски раствора. К нейтрализованному раствору прибавляют 25 см^3 раствора формалина, 0,25 см^3 раствора смешанного индикатора, перемешивают и через 1—2 мин титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации c 1 моль/дм^3 до появления малиновой окраски раствора, не исчезающей в течение 1—1,5 мин.

Анализируемый раствор после прибавления формалина приобретает розовую окраску. При титровании окраска раствора переходит сначала в желтый, а затем в малиновый цвет, что указывает на конец титрования.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю карбамида CH_4ON_2 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}03003 \cdot 100}{m},$$

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

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия концентрации 1 моль/дм^3;

0,03003 — масса карбамида, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм^3, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа препарата квалификации чистый для анализа принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

За результат анализа препарата квалификации чистый принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,4 % при доверительной вероятности P = 0,95.

3.3. Температуру плавления определяют по ГОСТ 18995.4.

За температуру плавления в каждом из двух параллельных определений принимают середину интервала между температурами начала и конца плавления реактива. Допускаемое расхождение

между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,5 °С, причем каждый из этих результатов должен находиться в интервале температур, заданном нормой. Допускаемая абсолютная погрешность измерения ± 0,5 °С при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.4.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан В-1—250 по ГОСТ 25336.

Тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 3(1)—100 по ГОСТ 1770.

3.4.2. Проведение анализа

33,00 препарата квалификации чистый для анализа и 20,00 препарата квалификации чистый помещают в стакан и растворяют в 100 см^3 воды. Затем раствор фильтруют через 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 °С — 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 мг;

для препарата чистый — 2 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.2.1—3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов) — по ГОСТ 27184.

10,00 г препарата помещают в фарфоровый тигель (платиновый тигель по ГОСТ 6563 или кварцевый тигель по ГОСТ 19908), предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), прибавляют 2 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 20 % (ГОСТ 4204), нагревают на песчаной бане до образования плотной массы и прокаливают в муфельной печи при 500 °С — 600 °С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 1 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.7. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 2,00 г препарата растворяют в 25 см^3 воды и, если раствор мутный, его фильтруют через промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента» с массой из обеззоленного фильтра. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способом 1) методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг;

для препарата чистый — 0,10 мг.

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

3.8. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. 2,00 г препарата растворяют в 40 см^3 воды и, если раствор мутный, его фильтруют через промытый раствором азотной кислоты с массовой долей 1 % обеззоленный фильтр «синяя лента» с бумажной массой из обеззоленного фильтра. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

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

3.9. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 50 см^3), растворяют в 20 см^3 воды и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа азотной кислотой.

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

для препарата чистый для анализа — 0,002 мг,

для препарата чистый — 0,010 мг.

При наличии в анализируемом растворе опалесценции вводят поправку на значение оптической плотности анализируемого раствора.

При отсутствии опалесценции допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 5,00 г препарата растворяют в 30 см^3 воды 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 — 0,01 мг Pb,

для препарата чистый — 0,05 мг Pb,

1 см^3 уксусной кислоты, 1 см^3 раствора уксуснокислого аммония и 10 см^3 сероводородной воды.

3.7—3.10. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.11. Определение массовой доли свободного аммиака

3.11.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретки вместимостью 1 см^3.

Колба Ки-2—250—34 по ГОСТ 25336.

Пипетка градуированная вместимостью 1 см^3.

Цилиндр 3(1)—100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

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

3.11.2. 25,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см^3 воды и титруют из бюретки раствором соляной кислоты в присутствии 0,1 см^3 раствора метилового оранжевого.

3.11.3. Обработка результатов

Массовую долю аммиака (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}0017 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3;

0,0017 — масса аммиака, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,001 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.11.1—3.11.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.12. Определение массовой доли биурета

3.12.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка градуированная вместимостью 5(10) $см^3$.

Пробирка П 4—15(20)—14/25 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 3(1)—25 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/$дм^3$ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Смешанный раствор; готовят следующим образом: 0,50 г 5-водной сернокислой меди растворяют в 20 $см^3$ воды в мерной колбе и прибавляют раствор 1,5 г 4-водного виннокислого калия-натрия в 40 $см^3$ раствора гидроокиси натрия. Раствор перемешивают, прибавляют к нему раствор 0,5 г йодистого калия в 5—10 $см^3$ воды, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Биурет, раствор, содержащий 1 мг биурета в 1 $см^3$ раствора, готовят растворением 0,1 г биурета в 100 $см^3$ воды. Раствор годен в течение двух суток.

3.12.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в пробирку и растворяют в 5 $см^3$ воды. К раствору прибавляют 2 $см^3$ смешанного раствора, 1,2 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, доводят объем раствора водой до 10 $см^3$ и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая по оси пробирок окраска анализируемого раствора по розово-фиолетовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 1 мг биурета,

для препарата чистый — 4 мг биурета,

2 $см^3$ смешанного раствора и 1,2 $см^3$ раствора едкого натра.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1 и 11—1.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII (до 35 кг).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.1а. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с предупредительными надписями «Беречь от влаги» и дополнительно для стеклянной тары: «Хрупкое. Осторожно»; «Верх». Нанесение знаков опасности — по ГОСТ 19433, класс 9, подкласс 9.2, классификационный шифр 9223.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

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

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях, оборудованных общей вентиляцией.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие карбамида требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения карбамида — три года со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Карбамид — горючее вещество.

Температура вспышки — 182 °С.

Температура воспламенения — не менее 233 °С.

Температура самовоспламенения — 640 °С.

При взаимодействии с азотной кислотой карбамид может образовывать нитрат карбамида. Растворы карбамида имеют щелочную реакцию.

При попадании на кожу вызывает покраснение и раздражение.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены, не допускать попадания препарата вовнутрь организма.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местными отсосами. Анализ препарата необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   А.Г. Петухов, Н.Г. Чернов, В.Ф. Олестиик, Т.А. Бересова, Е.М. Демьяненко, Г.В. Грязнов, В.Г. Брудь

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров от 03.05.77 № 1140

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6691—67**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1625—89	3.2.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.4.1, 3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 3118—77	3.11.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4165—78	3.12.1
ГОСТ 4204—77	3.2.1; 3.5
ГОСТ 4232—74	3.12.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1, 3.12.1
ГОСТ 4517—87	3.11.1
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1, 3.1.1
ГОСТ 5845—79	3.12.1
ГОСТ 6563—75	3.5
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.4.1, 3.12.1
ГОСТ 10555—75	3.9
ГОСТ 10671.5—74	3.7
ГОСТ 10671.7—74	3.8
ГОСТ 14192—96	4.1а
ГОСТ 17319—76	3.10
ГОСТ 18300—87	3.2.1
ГОСТ 18995.4—73	3.3
ГОСТ 19433—88	4.1а
ГОСТ 19908—90	3.5
ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.4.1, 3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1, 3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27184—86	3.5

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)**

6. **ИЗДАНИЕ (ноябрь 2008 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в сентябре 1982 г., декабре 1987 г. (ИУС 12—82, 11—87)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.11.2008. Подписано в печать 22.12.2008. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,85 Тираж 80 экз. Зак. 1373.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» – тип.«Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru