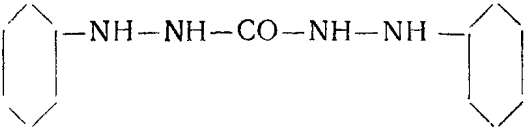
Издание официальное

СССР — Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Реактивы ДИФЕНИЛКАРБАЗИД	ГОСТ 5859—51 Взамен ОСТ НКТП 2860 Группа Л52

Дифенилкарбазид представляет собой почти бесцветный или розоватый кристаллический порошок, растворимый в спирте.

Эмпирическая формула: $C_{13}H_{14}N_4O$.

Структурная формула: 

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1948 г.)—242,27.

I ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Дифенилкарбазид с квалификацией «ч. д. а.» должен соответствовать следующим требованиям:

Наименования показателей	Нормы
а) Температура плавления в °С, в интервале	165—175 в пределах 2°
б) Чувствительность к $Cr^{\cdots\cdots}$	Должен выдерживать испытание по п. 4
в) Чувствительность к $Hg^{\cdot\cdot}$	То же, по п. 5
г) Остаток после прокаливания в процентах, не более	0,02

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ

2. Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—54.

Общий вес отобранной пробы должен быть не менее 0,06 *кг*.

Внесен Министерством химической промышленности	Утвержден Управлением по стандартизации 12/VI 1951 г.	Срок введения 1/X 1951 г.

Переиздание. Март. 1958 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Цена 15 коп.

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

3. Определение температуры плавления. Небольшое количество тонкорастертого препарата помещают в стеклянный капилляр внутренним диаметром около 1 *мм* и длиной 45—50 *мм*. Наполненный капилляр пять-шесть раз бросают в стеклянную трубку высотой 800 *мм* и диаметром 20 *мм*, поставленную вертикально на часовое стекло, до уплотнения вещества в слой 2—3 *мм*, после чего капилляр прикрепляют к укороченному термометру с ценой деления 0,2°С так, чтобы слой препарата был на высоте середины ртутного резервуара термометра.

В пробирку, наполненную на одну четверть ее объема прозрачной серной кислотой (по ГОСТ 4204—48), уд. в. 1,8350 или вазелиновым маслом, помещают вставленный в корковую пробку с боковым прорезом термометр с прикрепленным к нему капилляром так, чтобы они не касались дна и стенок пробирки.

Круглодонную колбу емкостью 250—300 *мл* наполняют на две трети объема прозрачной серной кислотой, уд. в. 1,8350, или вазелиновым маслом. Содержимое колбы нагревают до температуры 150°С, вносят пробирку со вставленным в нее капилляром и продолжают нагревание так, чтобы температура жидкости повышалась на 1°С в 1 мин. Началом плавления считают момент появления в капилляре мениска, а концом — момент полного расплавления препарата. Препарат должен расплавиться в пределах 2°С.

Примечание. Если определение производят с неукороченным термометром, то к показанию термометра прибавляют поправку (Δt) на высоту выступающего над пробкой столбика ртути.

Поправку (Δt) вычисляют по формуле:

$$\Delta t = 0{,}00016 \cdot h\,(t_1 - t_2),$$

где:

h — высота выступающего над пробкой столбика ртути, выраженная в градусах шкалы термометра;

t_1 — наблюдаемая температура плавления в °С;

t_2 — температура окружающего воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой, измеряемая вторым термометром, в °С.

4. Определение чувствительности к хрому

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—51 свежеперегнанный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, раствор уд. в. 1,12.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—48, «х. ч.».

Дифенилкарбазид, 1%-ный спиртовой раствор, готовят следующим образом: 1 *г* испытуемого препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в колбу емкостью 200—250 *мл* и растворяют в 100 *мл* этилового спирта при нагревании на водяной бане до полного растворения препарата. Раствор должен быть свежеприготовленным; раствор, содержащий в 1 *мл* 0,24 γ Cr⋯⋯; готовят следующим образом: 0,113 *г* двухромовокислого калия взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают в мерную колбу емкостью 1 *л* и растворяют в воде. По растворении препарата доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор *А*.

6 *мл* раствора *А* помещают в мерную колбу емкостью 1 *л*, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор *Б*.

1 *мл* раствора *Б* содержит 0,24 γCr⋯⋯

Раствор *Б* должен быть свежеприготовленным.

б) *Описание определения*

В пять пробирок бесцветного стекла высотой 15 *см* и диаметром 1,2 *см* с притертыми пробками вносят 0,12; 0,24; 0,36, 0,48 и 0,60 γ Cr⋯⋯; (0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 *мл* раствора *Б*).

Объем раствора в пробирках доводят водой до 10 *мл*, прибавляют по 0,5 *мл* раствора соляной кислоты, перемешивают, прибавляют по 0,5 *мл* раствора дифенилкарбазида и содержимое пробирок снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившееся слабое фиолетовое окрашивание будет заметно через 5 мин. с отчетливой градацией по крайней мере в трех пробирках.

5. Определение чувствительности к ртути

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, раствор уд. в. 1,15.

Дифенилкарбазид, 1%-ный спиртовой раствор (приготовление см. п. 4 *а*).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520—48, раствор, содержащий в 1 *мл* 2γ Hg⋯, готовят следующим образом: навеску окисной азотнокислой ртути с известным содержанием Hg, сооответствующую 1 *г* Hg, взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают в стакан емкостью 50 *мл* и растворяют в 10 *мл* воды и 1,5 *мл* раствора азотной кислоты. Раствор нагревают до кипения, охлаждают, переносят количественно в мерную колбу емкостью 1 *л*, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор *А*.

10 *мл* раствора *А* разбавляют водой в мерной колбе емкостью 100 *мл*, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор *Б*. 20 *мл* раствора *Б* разбавляют водой в мерной колбе емкостью 1 *л*, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор *В*. 1 *мл* раствора *В* содержит 2γ Hg^{++}.

Растворы *Б* и *В* должны быть свежеприготовленными.

б) *Описание определения*

В пять пробирок бесцветного стекла высотой 15 *см* и диаметром 1,2 *см* с притертыми пробками вносят 2; 4; 6; 8 и 10γ Hg (1; 2; 3; 4 и 5 *мл* раствора *В*).

Объем раствора в пробирках доводят водой до 10 *мл*, перемешивают, прибавляют по 0,5 *мл* раствора дифенилкарбазида и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившееся фиолетовое окрашивание будет заметно через 5 мин. с отчетливой градацией по крайней мере в трех пробирках.

6. Определение остатка после прокаливания. 5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и помещают во взвешенный тигель. Тигель с содержимым устанавливают на песочную баню, которую нагревают на газовой горелке, не допуская кипения образовавшейся в тигле жидкости. Затем пламя постепенно увеличивают и после испарения жидкости и обугливания содержимого тигля тигель с остатком прокаливают на пламени горелки или в электрической печи (при температуре приблизительно 800°С) до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес прокаленного остатка будет не более 1 *мг*.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

7. Дифенилкарбазид упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—54.

Замена

ГОСТ 3885—54 введен взамен ГОСТ 3885—50.
ГОСТ 5962—51 введен взамен ОСТ НКПП 278.

---

gost.e-ecolog.ru

Стандартгиз. Подп. к печ. 4/IV 1958 г. 0,25 п. л. Тир. 1000

Тип. «Москрвский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 563