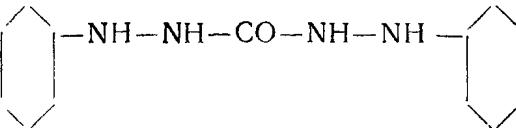


СССР — Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 5859—51
	Реактивы ДИФЕНИЛКАРБАЗИД	Взамен ОСТ НКТП 2860 Группа Л52

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 ⁺⁺⁺	Должен выдерживать испытание по п. 4
в) Чувствительность к Hg ⁺⁺	То же, по п. 5
г) Остаток после прокашивания в процентах, не более	0,02

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ

2. Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—54. Общий вес отобранный 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.
--	---	------------------------------

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°C 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°C, вносят пробирку со вставленным в нее капилляром и продолжают нагревание так, чтобы температура жидкости повышалась на 1°C в 1 мин. Началом плавления считают момент появления в капилляре мениска, а концом — момент полного расплавления препарата. Препарата должен расплавиться в пределах 2°C.

П р и м е ч а н и е. 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 °C;

*t*₂ — температура окружающего воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой, измеряемая вторым термометром, в °C.

4. Определение чувствительности к хрому

а) Применяемые реактивы и растворы

Спирт этиловый ректифицированный 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 Сг……; 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 γ Сг……

Раствор *Б* должен быть свежеприготовленным.

б) *Описание определения*

В пять пробирок бесцветного стекла высотой 15 см и диаметром 1,2 см с притертymi пробками вносят 0,12; 0,24; 0,36, 0,48 и 0,60 γ Сг……; (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 2 γ Hg⁺⁺, готовят следующим образом: навеску окисной азотнокислой ртути с известным содержанием Hg, соответствующую 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 притертymi 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°C) 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.