

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАРБАМИД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

Реактивы

КАРБАМИД

ГОСТ
6691—77

Технические условия

Reagents. Urea. Specifications

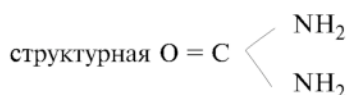
МКС 71.040.30

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 ,



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	Н о р м а	
	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	$132,7 \pm 1$	$132,7_{-1,5}^{+1,0}$

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

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 см³.

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 см³.

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 $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ (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 гидроксид по ГОСТ 4328, растворы концентраций $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ моль/дм}^3$ (5 н.), $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ (1 н.) и $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.), растворы концентраций $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ и $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$, готовят по ГОСТ 25794.1.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор 1:1, предварительно нейтрализованный раствором гидроксида натрия концентрации $0,1 \text{ моль/дм}^3$, 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 ректифицированный 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 гидроксида натрия концентрации 5 моль/дм^3 до перехода розовой окраски раствора в желтую. Затем добавляют по каплям раствор серной кислоты $0,5 \text{ моль/дм}^3$ 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 гидроксида натрия концентрации $c 1 \text{ моль/дм}^3$ 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 гидроксида натрия концентрации 1 моль/дм^3 , израсходованный на титрование, см^3 ;

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

0,03003 — масса карбамида, соответствующая 1 см^3 раствора гидроксида 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 допустимое расхождение, равное 0,3 %.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4 \%$ 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