УДК 661.631:546.72.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

Метод определения железа

Phosphorus and inorganic phosphorus compounds.
Method of ferrum determination

ГОСТ 24024.11—81

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на фосфор и неорганические соединения фосфора и устанавливает метод определения железа.

Метод основан на фотоколориметрическом определении железа, предварительно восстановленного аскорбиновой кислотой, с α, α′ -дипиридилом при pH 2,5—8.

Допускается проводить определение железа фотоколориметрическим методом с применением ортофенантролина.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации на конкретные виды продукции.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр с монохроматором или фотометр с фильтром.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г. Допускается применение других весов с аналогичными метрологическими характеристиками.

pH-метр лабораторный с погрешностью измерения ±0,05 pH.

Электрод стеклянный измерительный, лабораторный.

Электрод вспомогательный лабораторный.

Мешалка магнитная лабораторная.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Пипетки по НТД вместимостью 2, 5, 10, 50 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 250, 500, 1000 $см^3$.

Бюретка по НТД вместимостью 10 и 25 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Железа окись.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., раствор с массовой долей соляной кислоты 25 %.

Кислота аскорбиновая, пищевая, раствор готовят следующим образом: 25 г кристаллической аскорбиновой кислоты растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Раствор годен для применения в течение 14 сут. Хранят раствор в темной склянке с притертой пробкой в прохладном месте.

Спирт ректификованный технический этиловый по ГОСТ 18300.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., раствор с массовой долей аммиака 10 %.

α, α′ - дипиридил или ортофенантролин, раствор готовят следующим образом: 2,5 г кристаллического α, α′ - дипиридила растворяют в 25 $см^3$ этилового спирта в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

gost.e-ecolog.ru

Железо, раствор сравнения, с концентрацией 0,05 мг Fe_2O_3 в 1 $см^3$ раствора, готовят следующим образом: 1,0 г окиси железа взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ раствора соляной кислоты. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

50 $см^3$ полученного раствора отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Допускается приготовление раствора сравнения железа по ГОСТ 4212.

Раствор с концентрацией 0,05 мг Fe_2O_3 в 1 $см^3$ готовят соответствующим разбавлением.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

При анализе ортофосфорной кислоты с массовой долей 0,03—0,09 % Fe_2O_3 и фосфатов с массовой долей 0,01—0,15 % Fe_2O_3 готовят серию образцов для градуировки: в стаканы вместимостью 250 $см^3$ отбирают бюреткой 2, 5, 10, 20, 30 $см^3$ раствора сравнения железа, что соответствует 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5 мг Fe_2O_3.

3.2. При анализе ортофосфорной кислоты с массовой долей 0,003—0,03 % Fe_2O_3 и фосфатов с массовой долей 0,001—0,01 % Fe_2O_3 готовят серию образцов для градуировки: в стаканы вместимостью 250 $см^3$ отбирают бюреткой 1, 2, 4, 6, 8, 10 $см^3$ раствора сравнения железа, что соответствует 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 мг Fe_2O_3.

Растворы разбавляют водой до объема 50 $см^3$, прибавляют 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, 5 $см^3$ раствора α, α '-дипиридила или ортофенантролина и устанавливают раствором аммиака pH 3,5±0,2 с помощью pH-метра. Затем растворы количественно переводят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Одновременно в тех же условиях готовят контрольный раствор, не содержащий железа.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность образцов для градуировки по отношению к контрольному раствору в кюветах с соответствующей толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм. Измерение производят при длине волны 522 нм.

По полученным данным значений оптических плотностей строят два градуировочных графика, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в образцах для градуировки массы Fe_2O_3 в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. При анализе ортофосфорной кислоты взвешивают в бюксе 10 г анализируемой пробы и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака, количественно переносят водой навеску в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

4.2. При анализе фосфатов с массовой долей 0,001—0,03 % Fe_2O_3 взвешивают 25 г анализируемой пробы и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака, переносят количественно водой в стакан вместимостью 400 $см^3$, доводят объем водой приблизительно до 50 $см^3$, прибавляют 40 $см^3$ раствора соляной кислоты и кипятят в течение 15 мин. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Если раствор мутный, его фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухую колбу.

4.3. При анализе фосфатов с массовой долей 0,03—0,15 % Fe_2O_3 взвешивают 5 г анализируемой пробы и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака, переносят количественно водой в стакан вместимостью 400 $см^3$, доводят объем водой приблизительно до 50 $см^3$, добавляют 40 $см^3$ раствора соляной кислоты и кипятят в течение 15 мин. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Если раствор мутный, его фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухую колбу.

4.1—4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. 50 см^3 анализируемого раствора, приготовленного по п. 4.1—4.3 соответственно, отбирают пипеткой в стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и 5 см^3 раствора α, α′-дипиридила или ортофенантролина.

Далее анализ проводят по разд. 3, определяя массу железа по соответствующему градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю железа (Fe_2O_3) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot 1000} = \frac{m_1}{m \cdot 2}$$ (для пп. 4.2 и 4.3)

или

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot 1000} = \frac{m_1}{m}$$ (для п. 4.1),

где m_1 — масса Fe_2O_3 в аликвотной части анализируемого раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г.

Для определения массовой доли железа в пересчете на Fe необходимо полученный результат умножить на 0,6994.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 % относительно среднего результата определяемой величины при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н.Б. Мойжес, Ю.М. Трофимов, М.В. Кузьменко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.02.81 № 963

Изменение № 2 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1940—79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4212—76	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1988 г., ноябре 1996 г. (ИУС 10—88, 2—97)

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

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.06.99. Подписано в печать 19.07.99. Усл.печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,60.
Тираж 146 экз. С 3350. Зак. 593.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru