ГОСТ 20996.6—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776:546.72.06:006.354

Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения железа

Selenium.
Method of iron determination

ГОСТ 20996.6—82*

Взамен ГОСТ 10431—63, разд. III

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения железа (при массовой доле железа 0,003—0,6 %).

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения ионов железа с сульфосалициловой кислотой и измерении его оптической плотности при длине волны 400—450 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:4.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор 100 г/дм^3.

Железо по ГОСТ 9849—86.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: навеску железа массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 30—35 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), нагревают и выпаривают раствор до сухих солей. Приливают 100—120 см^3 соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: отбирают аликвотную часть 10 см^3 раствора А и переносят ее в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг железа.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

** Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)*

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску селена массой 1 или 2 г (в зависимости от массовой доли железа) помещают в стакан вместимостью 250—300 $см^3$, приливают 15—20 $см^3$ азотной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток выдерживают 8—10 мин на плите. Операцию повторяют дважды, прибавляя каждый раз по 5—7 $см^3$ азотной кислоты и каждый раз выпаривая досуха.

Затем к сухому остатку приливают 3—4 $см^3$ соляной кислоты и нагревают до растворения остатка. Добавляют 40—50 $см^3$ воды, кипятят и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают раствором соляной кислоты (1:4) до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 2—25 $см^3$ (в зависимости от массовой доли железа) и переносят ее в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Доливают водой до 30 $см^3$, приливают 5—6 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют аммиаком до появления красно-желтого окрашивания. Прибавляют 2—2,5 $см^3$ раствора аммиака, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 430 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу железа устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1; 0,15; 0,2 мг железа, добавляют воды до 30 $см^3$, 5—6 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

где m_1 — количество железа, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, $см^3$;

V_1 — объем аликвотной части раствора, $см^3$;

m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля железа, %	Абсолютное допустимое расхождение результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,003 до 0,006 включ.	0,001	0,002
Св. 0,006 » 0,015 »	0,002	0,003
» 0,015 » 0,030 »	0,003	0,005
» 0,03 » 0,10 »	0,01	0,02
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,04
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 19.07.2000. Усл. печ. л. 0,47.
Уч.-изд. л. 0,27. Тираж 104 экз. С 5572. Зак. 649.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Изменение № 2 ГОСТ 20996.6—82 Селен технический. Метод определения железа

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14.11.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10101

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б (перед разделом 1):

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 20996.0—82 Селен технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ ИСО 5725-6—2002** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1б. Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли железа соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

**На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

Таблица 1— Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли железа

В процентах

Диапазон измерений массовой доли железа	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,003 до 0,006 включ.	0,001	0,001	0,002
Св. 0,006 » 0,015 »	0,002	0,002	0,003
» 0,015 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,03 » 0,10 »	0,01	0,01	0,02
» 0,10 » 0,30 »	0,03	0,02	0,04
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,04	0,06

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 400—450 нм;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- колбы мерные 2—50-2, 2—100-2, 2—1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В—1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1 и 1:4,
- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;
- кислоту сульфосалициловую 2-водную по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- железо по ГОСТ 9849.

Примечания

1. Допускается применение иных средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2. Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений».

Стандарт дополнить разделом — 3а (перед разделом 3).

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. Для построения градуировочного графика готовят растворы железа известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации железа 0,1 мг/см^3 навеску железа массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 30 до 35 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), нагревают и выпаривают раствор до сухих солей. Приливают от 100 до 120 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации железа 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

3а.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1; 0,15; 0,2 мг железа, доливают до 30 см^3 воды, от 5 до 6 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют аммиаком до появления красно-желтого окрашивания. Прибавляют от 2 до 2,5 см^3 раствора аммиака, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400—450 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду. Градуировочный график строят с учетом холостого опыта (раствор сравнения с нулевой концентрацией железа)».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«4.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3:

«4.3. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6».

(ИУС № 7 2015 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 20996.6—82 Селен технический. Метод определения железа

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 72-П от 14.11.2014)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10101

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Стандарт дополнить разделами — 1а, 1б (перед разделом 1):

«1а. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 20996.0—82 Селен технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ ИСО 5725-6—2002** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1б. Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли железа соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

**На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

Таблица 1— Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли железа

В процентах

Диапазон измерений массовой доли железа	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,003 до 0,006 включ.	0,001	0,001	0,002
Св. 0,006 » 0,015 »	0,002	0,002	0,003
» 0,015 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,03 » 0,10 »	0,01	0,01	0,02
» 0,10 » 0,30 »	0,03	0,02	0,04
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,04	0,06

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 400—450 нм;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- колбы мерные 2—50-2, 2—100-2, 2—1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В—1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1 и 1:4,
- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;
- кислоту сульфосалициловую 2-водную по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- железо по ГОСТ 9849.

Примечания

1. Допускается применение иных средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2. Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений».

Стандарт дополнить разделом — 3а (перед разделом 3).

«3а. Подготовка к проведению измерений

3а.1. Для построения градуировочного графика готовят растворы железа известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации железа 0,1 мг/см^3 навеску железа массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 30 до 35 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), нагревают и выпаривают раствор до сухих солей. Приливают от 100 до 120 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации железа 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

3а.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1; 0,15; 0,2 мг железа, доливают до 30 см^3 воды, от 5 до 6 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют аммиаком до появления красно-желтого окрашивания. Прибавляют от 2 до 2,5 см^3 раствора аммиака, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400—450 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду. Градуировочный график строят с учетом холостого опыта (раствор сравнения с нулевой концентрацией железа)».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«4.2. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1)».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3:

«4.3. Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, не должно превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6».

(ИУС № 7 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru