МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Фотоколориметрический метод определения массовой концентрации железа

ГОСТ 28326.5—89

Technical liquid ammonia.
Determination of iron mass concentration by method of photocolorimetry

МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения массовых концентраций железа от 0,25 до 5 мг/дм^3.

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенных в желтый цвет растворов, содержащих комплексные соединения, которые образуются при взаимодействии ионов двух-, трехвалентного железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.

Объем пробы составляет 200 см^3.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2МП или другого типа по НТД (светофильтр с областью пропускания (400± 5) нм и кюветы с расстоянием между рабочими гранями 30 мм) и абсолютной погрешностью измерения коэффициента пропускания не более ± 1,5 %.

Пробоотборник по ГОСТ 6221.

Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 5—2—1, 5—2—2, 7—2—5, 7—2—10, 2—2—50 по НТД.

Бюретка 6—2—5 по НТД.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$ г.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328**.

Секундомер СОПпр-3б-1—000 или другого типа.

Фильтр ФКП-32-ПОР 100ТХС или воронка ВФ-32-ПОР 100ТХС по ГОСТ 25336.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч., раствор с массовой долей 25 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор с массовой долей 20 %.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, ч.д.а., водный раствор с массовой долей 10 %.

Квасцы железоаммонийные.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., раствор с массовой долей 16 % и раствор молярной концентрации $c(1/2\ H_2SO_4) = 0{,}01$ моль/дм^3.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.
** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 7328—2001.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основных растворов

Основной раствор А железоаммонийных квасцов массовой концентрации железа 1 мг/см^3 готовят по ГОСТ 4212.

Основной раствор Б массовой концентрации железа 0,05 мг/см^3 готовят соответствующим разбавлением раствора А, используя раствор серной кислоты молярной концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)$ = = 0,01 моль/дм^3.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят с помощью бюретки (пипетки) 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 основного раствора Б, что соответствует 0,0125; 0,025; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 мг железа, прибавляют во все колбы по 5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют по 5 см^3 раствора аммиака, доводят объемы растворов дистиллированной водой до метки.

Одновременно аналогично готовят раствор сравнения, не содержащий основной раствор Б. Растворы тщательно перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов по отношению к раствору сравнения на фотоколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм, пользуясь светофильтром с областью пропускания (400 ± 5) нм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массы железа в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптических плотностей.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

После определения массовой концентрации масла по ГОСТ 28326.3 пробоотборник высушивают от оставшегося растворителя и обрабатывают 10 см^3 раствора соляной кислоты. Соляную кислоту из пробоотборника фильтруют через стеклянный фильтр (фильтрующую воронку), используемый при измерении массовой концентрации масла.

Фильтрат отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Пробоотборник и фильтр 5—6 раз промывают дистиллированной водой, собирая промывные воды в мерную колбу с фильтром. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. 50 см^3 полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют к нему 5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют раствор аммиака до появления желтой окраски и 2 см^3 избытка аммиака, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

При ожидаемых массовых концентрациях железа в аммиаке менее 1 мг/дм^3 фильтрат отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Пробоотборник и стеклянный фильтр (фильтрующую воронку) промывают 5—6 раз дистиллированной водой, собирая промывные воды в эту же мерную колбу, и, не доводя до метки, прибавляют 5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты. Перемешивают, добавляют раствор аммиака до появления желтой окраски и 2 см^3 избытка аммиака, доводят объем дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Одновременно таким же образом, но без анализируемой пробы готовят раствор сравнения. Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре в соответствии с п. 3.2.

По измеренному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу железа в колориметрируемом растворе.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую концентрацию железа (X) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot K}{V \cdot 50},$$

где m — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем пробы жидкого аммиака, дм^3;

100 — вместимость мерной колбы, см^3;

K — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

50 — объем испытуемого раствора, см^3.

При объеме испарившегося аммиака $V = 0{,}2$ м^3 формула примет вид

$$X = 10 \cdot m \cdot K.$$

При ожидаемой массовой концентрации железа менее 1 мг/дм^3 ее вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot K}{V}.$$

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15 мг/дм^3, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 15 % и ± 8 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ (для массовых концентраций железа 1 и 2 мг/дм^3 соответственно).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.11.89 № 3318

3. ВЗАМЕН ГОСТ 6221—82 в части п. 4.7

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6383—88

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 7328—82	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 4212—76	3.1	ГОСТ 28326.1—89	5
ГОСТ 4478—78	2	ГОСТ 28326.3—89	4
ГОСТ 6221—90	1, 2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru