УДК 669.4 : 546.72.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 20580.8—80

(СТ СЭВ 913—78)

СВИНЕЦ

Метод определения железа

Lead.
Method for the determination of iron

Взамен
ГОСТ 20580.8—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен
с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396 срок действия продлен
до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа от 0,0005 до 0,015% в свинце (99,992—99,5%).

Метод основан на образовании комплексного соединения *о*-фенантролина с ионами двухвалентного железа при pH 2—9 и фотометрировании полученного оранжево-красного раствора при длине волны 508 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 913—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20580.0—80.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 2 и 1 : 9.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 10%-ный раствор, свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 25%-ный раствор.

о-фенантролин гидрохлорид одноводный, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Переиздание. Декабрь 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

Железо порошкообразное, восстановленное водородом, или окись железа (III) по ГОСТ 4173—77.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,1000 г железа или 0,1430 г окиси железа (III) растворяют в 5 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1), прибавляют 25 см³ воды и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 100 см³ и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг железа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Стружку свинца обрабатывают магнитом для удаления частиц железа, попавших при измельчении металла.

В зависимости от ожидаемой массовой доли железа берут навески, масса которых указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Масса навески, г
От 0,0005 до 0,001	2,0
Св. 0,001 » 0,005	1,0
» 0,005 » 0,008	0,5
» 0,008 » 0,015	0,25

Навеску свинца растворяют в 15 см³ азотной кислоты (1 : 2), выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1 : 9). Прибавляют около 10 см³ раствора уксуснокислого натрия для получения pH 3,5. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³. Затем добавляют 1 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 2 см³ раствора *о*-фенантролина и доливают водой до метки. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора при длине волны 508 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Количество железа в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 25 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б. Шестая колба служит для проведения контрольного опыта. Во все шесть мерных колб прилива-

ют по 10 см³ азотной кислоты (1:9) и далее поступают, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массовым долям железа строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески свинца, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 » 0,003	0,0005
» 0,003 » 0,005	0,0007
» 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,015	0,0015

Изменение № 1 ГОСТ 20580.8—80 Свинец. Метод определения железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.07.90 № 2203

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1 после слова «анализа» дополнить словами: «и требования безопасности».

Раздел 2. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³»; «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³»; «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849—86 или оксид железа (III) по ТУ 6—09—5346—87»;

восьмой абзац. Заменить значения и слова: 0,1000 г на 0,100 г; 0,1430 г на 0,143 г; «окиси железа (III)» на «оксида железа (III)».

Пункт 3.1. Таблица 1. Графа «Масса навески, г». Заменить значения: 2,0 на 2,000; 1,0 на 1,000; 0,5 на 0,500; 0,25 на 0,250.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0004
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0005	0,0006
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0006	0,0008
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	0,0013
» 0,010 » 0,015 »	0,001	0,002

(ИУС № 11 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru