МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.6:546.72.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

Методы определения железа

ГОСТ 15483.6—78
(СТ СЭВ 4808—84)

Tin. Methods for determination of iron

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический, атомно-абсорбционный (при массовой доле железа от 0,002 до 0,05 %) и визуальный колориметрический (при массовой доле железа от 0,00002 до 0,0001 %) методы определения железа.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4808 в части фотометрического и атомно-абсорбционного методов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 15483.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и бромистоводородной кислот с бромом, отделении олова отгонкой в виде бромида и последующем измерении оптической плотности комплексного соединения железа с 1,10-фенантролином при длине волны 510 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная: 45 $см^3$ соляной кислоты, 45 $см^3$ бромистоводородной кислоты и 10 $см^3$ брома.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Ортофенантролин (или ортофенантролин солянокислый).

Раствор I: 10 г солянокислого гидроксиламина растворяют в небольшом количестве воды и доводят до 1 $дм^3$.

Раствор II: 1,5 г ортофенантролина растворяют в воде и доводят до 1 $дм^3$.

Раствор III: 270 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 $см^3$ воды, приливают 240 $см^3$ уксусной кислоты, фильтруют (при необходимости) и доводят водой до 1 $дм^3$.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Реакционная смесь для колориметрирования: смесь растворов I, II, III в соотношении 1:1:3.

Железо карбонильное.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,1000 г железа помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 раствора азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г железа.

Раствор Б; готовят в день применения: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в широкий стакан вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 смеси для растворения, накрывают стакан часовым стеклом и оставляют без нагревания до растворения навески. Ополаскивают часовое стекло 3 см^3 соляной кислоты и раствор выпаривают досуха при умеренном нагревании. Приливают 5 см^3 смеси для растворения и снова выпаривают досуха. Выпаривание с 5 см^3 смеси для растворения повторяют 4—6 раз до полного удаления олова. Сухой остаток смачивают 0,5 см^3 соляной кислоты, приливают 3 см^3 азотной кислоты и выпаривают до объема не более 0,5 см^3. Если остаток окрашен в бурый цвет, добавляют 2 см^3 соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода и выпаривают досуха. При необходимости эту операцию повторяют. Сухой остаток смачивают 0,5 см^3 соляной кислоты, 3 см^3 азотной кислоты и выпаривают до объема не более 0,5 см^3. Раствор разбавляют водой до 20 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до 50 см^3, приливают 25 см^3 реакционной смеси, доводят водой до метки и перемешивают. Величина pH раствора должна быть 4—4,5.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 510 нм или на фотоэлектроколориметре, пользуясь светофильтром с областью светопропускания 500—520 нм и кюветами с оптимальной толщиной слоя.

Раствором сравнения служит реакционная смесь (25 см^3), разбавленная водой до метки в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Из показаний оптической плотности анализируемого раствора вычитают показания оптической плотности раствора контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу железа в растворе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью 100 см^3 отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 20,0 и 30,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,20 и 0,30 мг железа. Все колбы доливают водой до объема 50 см^3, приливают 25 см^3 реакционной смеси и далее поступают, как указано в п. 2.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора железа. По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям железа строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 пробы, соответствующая взятой аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,005	0,001
Св. 0,005 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,02	0,003
» 0,02 » 0,05	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ВИЗУАЛЬНЫЙ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения железа с 2,2-дипиридилом. Олово предварительно отделяют отгонкой из раствора в виде тетрабромида.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Кварцевый перегонный аппарат.

Цилиндры для колориметрирования с притертыми стеклянными пробками.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, дополнительно очищенная перегонкой.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, очищенная от следов металлов перегонкой в кварцевом перегонном аппарате.

Перекись водорода, ос. ч. 15—3.

Бром по ГОСТ 4109, дополнительно очищают перегонкой.

Смесь кислот для растворения: 25 $см^3$ соляной кислоты смешивают с 25 $см^3$ бромистоводородной кислоты и приливают 15 $см^3$ брома.

Кислота винная, ос. ч. 9—3.

Натрий хлористый, ос. ч. 6—4.

2,2-дипиридил, раствор с массовой долей 2 % в 0,01 моль/$дм^3$ растворе соляной кислоты.

Кальций хлористый.

Бензол по ГОСТ 5955, очищают перегонкой.

Предварительно бензол выстаивают в течение суток с гранулированным хлористым кальцием для удаления влаги.

м-Крезол, очищают двукратной перегонкой (до исчезновения желтой окраски) в аппарате с воздушным холодильником.

Натрий сернистокислый.

Бензольно-крезольная смесь, приготовленная в соотношении 1:1 (хранят в темной стеклянной банке).

Натрия гидроокись, ос. ч. 18—3 или ос. ч. 23—3.

Железо карбонильное ос. ч. 13—2.

Комплексующая восстанавливающая буферная смесь с pH 4—6, очищенная от следов железа: к 150 $см^3$ воды добавляют 7,5 г хлористого натрия, 30 г винной кислоты, 10—11 г гидроокиси натрия и 15 г сернистокислого натрия. Перемешивают и подогревают полученный раствор до полного растворения солей. Для очистки от железа добавляют 40 $см^3$ раствора с массовой долей 2 % 2,2-дипиридила и оставляют стоять на 18—20 ч. Экстрагируют дипиридилатный комплекс железа 20 $см^3$ смеси бензола с крезолом в течение 2—3 мин. Экстракцию повторяют. Нижний слой сливают в кварцевую колбу с притертой пробкой, добавляют 20 $см^3$ 2,2-дипиридила и через сутки повторяют экстракцию, используя каждый раз по 5—7 $см^3$ бензольно-крезольной смеси до тех пор, пока экстракт не станет бесцветным. Очищенную смесь фильтруют, разбавляют водой до 500 $см^3$ и хранят в кварцевой или полиэтиленовой колбе.

Проверку реактива на чистоту проводят следующим образом: отбирают 5 $см^3$ смеси, добавляют 1 $см^3$ раствора с массовой долей 2 % 2,2-дипиридила и оставляют стоять в течение 1 ч. Добавляют 1 $см^3$ бензольно-крезольной смеси, встряхивают в течение 3—4 мин, оставляют на несколько минут и проверяют окраску экстракта. При отсутствии следов железа экстракт получается бесцветным. pH полученной комплексующей восстанавливающей буферной смеси колеблется от 4 до 6. Добавлением ее к влажному остатку, получающемуся после выпаривания растворенной навески олова в смеси кислот, доводят pH раствора до 3,5 (по универсальной индикаторной бумаге). При использовании комплексующей восстанавливающей буферной смеси для приготовления градуировочных растворов pH смеси предварительно доводят до 3,5 добавлением очищенной соляной кислоты.

Стандартные растворы железа.

Раствор А (запасной): 0,0500 г железа растворяют в кварцевом стакане в 5 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После полного растворения навески (при слабом нагревании) проводят окисление железа перекисью водорода. Раствор подогревают в течение 5 мин для удаления избытка окислителя. После охлаждения переносят содержимое стакана в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г железа.

Раствор Б: 1 $см^3$ запасного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, подкисляют 3—5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-6}$ г железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску олова массой 1 г помещают в низкий кварцевый стакан вместимостью 50 $см^3$,

прикрытый часовым стеклом, и растворяют в 7—10 см³ смеси кислот без нагревания. После растворения навески стекло обмывают 3—5 см³ соляной кислоты и выпаривают на умеренно нагретой плите до получения влажного остатка (2—3 капли). Обработку 5 см³ смеси кислот для растворения повторяют, выпаривая раствор досуха. Выпаривание с 5 см³ смеси кислот проводят до полного удаления олова.

К остатку добавляют 0,5 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Операцию выпаривания повторяют. Сухой остаток смачивают 0,2 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют в 4 см³ буферной смеси. Раствор нагревают и кипятят в течение 3—4 мин.

В горячий раствор добавляют 2 см³ раствора 2,2-дипиридила и оставляют на 1 ч. Полученный раствор охлаждают, переводят в цилиндр для колориметрирования, разбавляют водой до 10 см³ и сравнивают окраску анализируемых растворов со шкалой градуировочных растворов.

В случае, если раствор имеет слабую окраску, добавляют к нему 1 см³ бензольно-крезольной смеси и встряхивают в течение 3 мин. После разделения слоев сравнивают окраску экстракта с окраской экстракта шкалы градуировочных растворов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3.2. Шкалу градуировочных растворов готовят одновременно с выполнением определения следующим образом: в восемь кварцевых стаканов вместимостью 50 см³ наливают по 4 см³ буферной смеси с pH 3,5 и отмеряют 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,7 и 1,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0007 и 0,001 мг железа.

Добавляют по 2 см³ раствора 2,2-дипиридила, нагревают почти до кипения и выдерживают в течение 1 ч. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2)\,100}{m},$$

где m_1 — масса железа в анализируемом растворе, найденная при сравнении с градуировочными растворами, г;

m_2 — масса железа в растворе контрольного опыта, найденная при сравнении с градуировочными растворами, мг;

m — масса навески олова, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,00002 до 0,00005	0,00001
Св. 0,00005 » 0,0001	0,00002

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси фтористоводородной и азотной кислот с водой и измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен-воздух при длине волны 248,3 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Источник излучения для железа.

Стаканы фторопластовые вместимостью 50 см³ или чашки платиновые вместимостью не менее 50 см³.

Колбы полиэтиленовые вместимостью 50 см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:2.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Смесь для растворения: фтористоводородную кислоту, азотную кислоту и воду смешивают в соотношении 2:3:5 соответственно. Смесь хранят в полиэтиленовой посуде.

Олово высокой чистоты по ГОСТ 860.

Железо металлическое, восстановленное водородом.

Стандартный раствор железа: 0,1000 г железа помещают в стакан вместимостью 100 см³, рас-

творяют в 25 см³ раствора азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг железа.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску олова массой 1 г помещают в стакан из фторопласта, растворяют в 10 см³ смеси для растворения, добавляя ее небольшими порциями во избежание бурной реакции. По окончании растворения содержимое стакана нагревают в течение 1—2 мин, не доводя до кипения, и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию железа в пламени ацетилен-воздух при длине волны 248,3 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта.

Концентрацию железа в растворе находят по градуировочному графику.

4.3.2. Для построения градуировочного графика в семь стаканов из фторопласта помещают по 1,0 г олова высокой чистоты, растворяют в 10 см³ смеси для растворения, добавляя ее небольшими порциями во избежание бурной реакции. По окончании растворения содержимое стакана нагревают в течение 1—2 мин, не доводя до кипения, и охлаждают.

Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³ и в шесть из них отмеряют 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ стандартного раствора железа, что соответствует 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,4 и 0,6 мг железа. Растворы доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию железа, как указано в п. 4.3.1.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям железа строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация железа в растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески олова, г.

4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Метод применяется при разногласиях в оценке качества.

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.С. Баев, Т.П. Алманова, Г.М. Власова, В.С. Мешкова, Л.В. Мищенко, Л.Д. Савилова, Р.Д. Тресницкая

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.12.78 № 3300**

3. **Стандарт соответствует СТ СЭВ 4808—84 в части фотометрического и атомно-абсорбционного методов**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 15483.6—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.2
ГОСТ 199—78	2.2
ГОСТ 860—75	4.2
ГОСТ 2062—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4109—79	2.2; 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 4.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 5955—75	3.2
ГОСТ 10484—78	4.2
ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 14261—77	2.2; 3.2
ГОСТ 15483.0—78	1.1

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

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1984 г., октябре 1985 г., июне 1989 г. (ИУС 12—84, 1—86, 10—89)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.04.99. Подписано в печать 28.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,63. Тираж 131 экз. С 2906. Зак. 457.

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