ГОСТ 10555—75

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ И ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА

КОЛОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПРИМЕСИ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

УДК 54—41:546—72.06:006.354 Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ И ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА

Колориметрические методы определения содержания примеси железа

ГОСТ 10555—75

Reagents and high-purity matters. Colorimetric methods for determination of iron

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.76

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и особо чистые вещества и устанавливает следующие колориметрические методы определения примеси железа:

батофенантролиновый метод;

2,2'-дипиридиловый метод;

1,10-фенантролиновый метод;

роданидный метод;

сульфосалициловый метод.

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

1.1б. Масса железа в навеске анализируемого реактива должна быть в пределах, указанных ниже:

от 0,001 до 0,03 мг для батофенантролинового метода;

» 0,002 » 0,5 мг для 2,2'-дипиридилового метода;

» 0,002 » 0,2 мг для 1,10-фенантролинового метода;

» 0,002 » 0,1 мг для роданидного метода;

» 0,005 » 0,5 мг для сульфосалицилового метода.

1.1а, 1.1б. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1.1в. Применяемый метод и необходимые условия анализа должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. Навеску анализируемого реактива в зависимости от массовой доли железа устанавливают по нормативно-технической документации на соответствующий реактив.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Навеску анализируемого реактива, а также навески реактивов для приготовления необходимых растворов, применяемых при определении массовой доли железа, взвешивают с точностью до второго десятичного знака.

1.3. Массу примеси железа определяют не менее чем в двух параллельных навесках. За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух определений.

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1975
© Стандартинформ, 2006

1.4. Раствор, содержащий железо, готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг железа в 1 $см^3$. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

1.3, 1,4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.5а. Если требуется добавление к раствору сравнения анализируемого реактива или других реактивов, то это должно быть указано в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

1.5б. Если после растворения и подкисления пробы наблюдается помутнение, анализируемый раствор фильтруют.

Появление помутнения после добавления реактивов указывает на неприменимость метода.

1.5а, 1.5б. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

1.5. При проведении анализа после добавления каждого реактива растворы перемешивают.

1.6а. При фотометрическом анализе применяют кюветы с толщиной поглощающего свет слоя от 5 до 50 мм, при этом кювету выбирают таким образом, чтобы максимальное значение оптической плотности не превышало 0,5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.6б. Толщина поглощающего свет слоя кюветы и масса железа, применяемая при построении градуировочных графиков, должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.6в. Градуировочный график строят, как указано в ГОСТ 27025.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.6. Фотометрические определения проводят на спектрофотометрах или фотоколориметрах любого типа при соответствующей длине волны.

Для фотометрического определения строят градуировочный график по растворам сравнения, откладывая на оси абсцисс введенные в растворы сравнения массы железа в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей. Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности трех параллельных определений. Градуировочный график должен иметь вид прямой линии. График проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при смене реактивов или фотоколориметра (спектрометра).

Если при построении градуировочного графика в растворы сравнения необходимо добавлять раствор анализируемого реактива или другие растворы, то это должно быть указано в нормативно-технической документации на соответствующий реактив.

1.7. При фотоколориметрическом определении массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески препарата, г.

1.8. При массе примеси железа в меньших пределах (от 0,0005 до 0,001 мг) определение проводят визуально-колориметрически батофенантролиновым или роданидным методами с экстракцией в меньшем объеме растворителя (2—3 $см^3$).

1.9. При наличии в анализируемом растворе опалесценции определение проводят фотоколориметрически с введением поправки на оптическую плотность этого раствора без добавления реактива на железо.

1.6.—1.9. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.10. При невозможности определения примеси железа непосредственно из навески препарата проводят подготовку анализируемого раствора, как указано в нормативно-технической документации на соответствующий реактив или по способу, описанному в разд. 2.

1.11. Если при растворении или разложении навески применяют реактивы с примесью железа, то в результат определения вводят поправку на массу железа в них, определяемую контрольным опытом.

1.12. При проведении анализа вместо мерных колб допускается применять цилиндры с притертыми пробками (по ГОСТ 1770) или конические колбы и стаканы (по ГОСТ 25336) с метками.

1.13. При работе с органическими растворителями необходимо соблюдать меры предосторожности: все работы проводят вдали от огня в вытяжном шкафу.

1.11—1.13. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.14. При визуально-колориметрическом и визуальном определениях готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси железа соответствует норме, во втором составляет 0,5 нормы и в третьем — 2 нормы. При этом допускаемая суммарная погрешность результата анализа составит ±50 % при доверительной вероятности 0,95.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ ОКРАШЕННЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Метод основан на осаждении железа в виде гидроокиси из растворов солей, гидроокиси которых растворяются в избытке раствора аммиака в присутствии хлористого аммония.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Воронка В-25—36 по ГОСТ 25336;

колба Кн-1—250—24/29 (19/26) ТС по ГОСТ 25336;

пипетка 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5 по ГОСТ 29227;

стакан В-1(2)—100 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—100(50) по ГОСТ 1770;

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517;

аммоний хлористый, не содержащий железа; готовят по ГОСТ 4517;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.;

раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.;

раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

жидкость промывная; готовят следующим образом: 5 г хлористого аммония помещают в коническую колбу, растворяют с 90 $см^3$ воды, прибавляют 10 $см^3$ раствора аммиака и перемешивают.

2.2. Проведение отделения железа

Навеску анализируемого препарата помещают в стакан, растворяют в 20—25 $см^3$ воды, прибавляют 1 $см^3$ раствора азотной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. К горячему раствору прибавляют 2 г хлористого аммония и по каплям при перемешивании — раствор аммиака до полного растворения выпадающего вначале осадка. Раствор снова нагревают до кипения, после чего оставляют для коагуляции выпавшего после нагревания осадка гидроокиси железа.

Через 1 ч раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента». Осадок на фильтре промывают промывной жидкостью до исчезновения окраски фильтра, а затем 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды отбрасывают.

Промытый осадок растворяют на фильтре 2 $см^3$ горячего раствора соляной кислоты, прибавляемой по каплям, затем фильтр тщательно промывают 20—25 $см^3$ воды. Фильтрат и промывные воды собирают и в полученном растворе определяют массу железа одним из указанных ниже методов.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Батофенантролиновый метод

Метод основан на образовании (при pH 4—7) окрашенного в розовый цвет комплексного соединения ионов железа Fe (II) с батофенантролином, экстрагируемого изоамиловым спиртом. Окраска батофенантролинового комплекса устойчива длительное время.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Воронка ВД-1(3)—100 ХС или ВД-3—100 ХС по ГОСТ 25336;

пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5 и 6(7)—2—25 по ГОСТ 29227;

цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770;

батофенантролин, раствор в изоамиловом спирте с массовой долей 0,08 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517;

кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.;

раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 10 %;

спирт изоамиловый по ГОСТ 5830;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1.2. *Построение градуировочного графика*

При применении кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм растворы сравнения готовят следующим образом: в пять делительных воронок помещают растворы, содержащие 0,002; 0,003; 0,005; 0,010 и 0,015 мг железа и доводят объемы водой до 30 $см^3$ (расчет добавляемого объема воды проводят по разности).

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа.

В каждый раствор прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 1 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина, 10 $см^3$ раствора 3-водного уксуснокислого натрия и 10 $см^3$ раствора батофенантролина и встряхивают в течение 3 мин. После расслоения водный (нижний) слой отбрасывают. К спиртовому слою прибавляют 0,1 $см^3$ этилового спирта. Через 5 мин оптическую плотность растворов измеряют по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при длине волны 533 нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 500—540 нм.

При определении массы железа менее 0,002 мг и более 0,015 мг (до 0,03 мг) применяют кюветы с другой толщиной поглощающего свет слоя раствора и соответственно изменяют объемы реактивов для приготовления растворов сравнения (объем изоамилового спирта оставляет 10 $см^3$).

3.1.3. Анализируемый раствор (pH ≤ 2) помещают в делительную воронку, разбавляют водой до объема 30 $см^3$, прибавляют 1 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина, 10 $см^3$ раствора 3-водного уксуснокислого натрия и 10 $см^3$ раствора батофенантролина и встряхивают в течение 3 мин.

После расслоения водный (нижний) слой отбрасывают. К спиртовому слою прибавляют 0,1 $см^3$ этилового спирта. Через 5 мин измеряют оптическую плотность растворов по отношению к контрольному раствору, как описано в п. 3.1.2.

Допускается заканчивать определение визуально.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах.

3.1.2, 3.1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.1.4. Относительные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений (d) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведены в табл. 1.

Таблица 1

Найденная масса железа, мг	Δ, %	d, %
От 0,002 до 0,005	±50	10
Св. 0,005 » 0,03	±35	10

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1.5. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.2. 2,2'-дипиридиловый метод

3.2.1. *Сущность метода*

Метод основан на образовании устойчивого, окрашенного в красный цвет, комплексного соединения ионов Fe (II) с 2,2'-дипиридилом после восстановления ионов Fe(III) до Fe (II) аскорбиновой кислоты или гидрохлоридом гидроксиламина (восстановитель указывают в нормативно-технической документации на продукцию).

Окраска устойчива в течение длительного времени.

Определению мешают ионы серебра, ртути, меди, никеля, кобальта, цинка, висмута, оксалатов, цианидов, фосфатов, молибдена. Метод не применим для соединений кадмия.

3.2.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770;

пипетка 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 29227;

цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517;

кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 5 %; готовят по ГОСТ 4517;

кислота соляная по ГОСТ 3118; раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

2,2'-дипиридил, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4517;

кислота лимонная, моногидрат или безводная, по ГОСТ 3652;

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517;

бумага индикаторная универсальная.

3.2.3. *Построение градуировочного графика*

При применении кювет с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм растворы сравнения готовят следующим образом: в шесть мерных колб помещают растворы, содержащие 0,002; 0,005; 0,010; 0,030; 0,040 и 0,050 мг железа, доводят объемы растворов водой до 40 $см^3$ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа.

В каждый раствор прибавляют 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, 1 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты или 5 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина и 5 $см^3$ раствора 2,2'-дипиридила.

pH раствора устанавливают от 3 до 4 раствором аммиака (проба на вынос). Объемы растворов доводят водой до 100 $см^3$.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при длине волны 522 нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 500—540 нм.

По полученным данным строят градуировочный график.

При определении массы железа более 0,050 мг (до 0,5 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего свет слоя и соответственно изменяют объемы реактивов для приготовления растворов сравнения.

3.2.4. *Проведение анализа*

Анализируемый раствор, имеющий pH ≤ 2, помещают в мерную колбу, доводят объем раствора водой до 40 $см^3$ и добавляют 1 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты или 5 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина и 5 $см^3$ раствора 2,2'-дипиридила.

pH раствора устанавливают от 3 до 4 раствором аммиака (проба на вынос). Объем раствора доводят водой до 100 $см^3$. Через 30 мин оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, как описано в п. 3.2.3.

По полученному значению оптической плотности анализируемого раствора, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах.

Допускается заканчивать определение визуально, вместо раствора аскорбиновой кислоты применять 0,1 г аскорбиновой кислоты.

Определение железа в соединениях алюминия может быть проведено по п. 3.2.4 с добавлением 10 $см^3$ раствора лимонной кислоты с массовой долей 30 %, перед добавлением восстановителя.

3.2.1—3.2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.2.5. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.2.6. Относительные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений (d) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в табл. 2.

Таблица 2

Найденная масса железа, мг	Δ, %	d, %
От 0,002 до 0,01	±30	30
Св. 0,01 » 0,03	±20	25
» 0,03 » 0,05	±10	10

Примечание. При определении массы железа свыше 0,05 мг (до 0,5 мг) метрологические характеристики (Δ и d) указывают в нормативно-технической документации на продукцию.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.7. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.2а. 1,10-фенантролиновый метод

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.2а.1. *Сущность метода*

Метод основан на образовании окрашенного в оранжево-красный цвет комплексного соединения ионов Fe (II) с 1,10-фенантролином после восстановления ионов Fe (III) до Fe (II) гидрохлорида гидроксиламина. Окраска комплекса устойчива в течение длительного времени.

Определению мешают ионы никеля, кобальта, кадмия, цинка, меди, олова, сурьмы, цианидов, фосфатов, оксалатов и фторидов.

3.2а.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 29227;

стакан В-1(2)—100 ТХС или колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 12 %;

1,10-фенантролин, раствор готовят по ГОСТ 4517.

3.2а.3. *Построение градуировочного графика*

При применении кювет с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, растворы сравнения готовят следующим образом: в семь стаканов или конических колб помещают растворы, содержащие 0,002, 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,040; 0,050 мг железа.

Доводят объемы растворов водой до 20 $см^3$ (расчет добавляемого объема воды проводят по разности) и перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа.

В каждый раствор прибавляют 0,1 $см^3$ раствора уксусной кислоты и 5,0 $см^3$ раствора 1,10-фенантролина, нагревают в течение 10 мин на водяной бане, охлаждают, переносят в мерную колбу и доводят объем раствора до метки.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при длине волны 508 нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 500—540 нм.

По полученным данным строят градуировочный график.

При определении массы железа свыше 0,050 мг (до 0,2 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего свет слоя и соответственно изменяют объемы реактивов для приготовления растворов сравнения.

3.2а.4. *Проведение анализа*

20 $см^3$ анализируемого раствора (pH ≤ 2) помещают в стакан, добавляют 5 $см^3$ раствора 1,10-фенантролина, нагревают в течение 10 мин на водяной бане, охлаждают, переносят в мерную колбу и доводят объем раствора до метки.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, как описано в п. 3.2а.3.

По полученному значению оптической плотности анализируемого раствора, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах.

Допускается заканчивать определение визуально.

3.2а.5. При определении железа в солях титана и свинца готовят 1,10-фенантролиновый раствор (по ГОСТ 4517), содержащий 0,3 г 1,10-фенантролина (вместо 0,1 г).

3.2а.6. Относительные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений (d) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в табл. 3.

Таблица 3

Найденная масса железа, мг	Δ, %	d, %
От 0,002 до 0,01	±30	30
Св. 0,01 » 0,03	±20	25
» 0,03 » 0,05	±10	10

Примечание. При определении массы железа свыше 0,05 мг (до 0,2 мг) метрологические характеристики (Δ и d) указывают в нормативно-технической документации на продукцию.

3.2а.1—3.2а.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.2а.7. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.3. Роданидный метод

Метод основан на образовании в кислой среде окрашенного в красный цвет нестойкого комплекса роданида железа Fe (III). Предварительное окисление железа Fe (II) проводят азотной кислотой или надсернокислым аммонием или пероксидом водорода.

Определению мешают ионы кобальта, молибдена, висмута, титана, хрома, цитратов, фторидов, фосфатов, оксалатов, ацетатов.

3.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—100—22 по ГОСТ 25336;

колба 2—50—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 29227;

цилиндры 2(4)—50 и 2(4)—100 по ГОСТ 1770;

аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, х. ч., свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %;

аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 30 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

спирт изоамиловый по ГОСТ 5830 или спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, бутанол-1 по ГОСТ 6006 и эфир бутиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300;

водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

3.3, 3.3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3.2. Определение с предварительным окислением железа азотной кислотой

3.3.2.1. *Построение градуировочного графика*

При применении кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм растворы сравнения готовят следующим образом: в конические колбы вместимостью 100 см^3 помещают растворы, содержащие 0,002; 0,005; 0,010; 0,020; 0,040 и 0,050 мг железа, доводят объем растворов водой до 20 см^3 и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа.

К каждому раствору прибавляют 0,25 см^3 раствора азотной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 2—3 мин. Охлажденные растворы переносят в мерные колбы, прибавляют по 0,5 см^3 раствора соляной кислоты, по 4 см^3 раствора роданистого аммония, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 2 мин после прибавления раствора роданистого аммония измеряют оптические плотности растворов сравнения и контрольного раствора по отношению к воде на спектрофотометре при длине волны 450 нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 450—480 нм.

Из значения оптической плотности раствора сравнения вычитают значение оптической плотности контрольного раствора. По полученным данным строят градуировочный график.

При определении массы железа свыше 0,050 мг (до 0,1 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего свет слоя раствора и соответственно изменяют объемы реактивов для приготовления растворов сравнения.

3.3.2.2. *Проведение анализа*

20 см^3 анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 0,25 см^3 раствора азотной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 2—3 мин. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу, прибавляют 0,5 см^3 раствора соляной кислоты, 4 см^3 раствора роданистого аммония, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор так же, как при построении градуировочного графика.

Через 2 мин после прибавления раствора роданистого аммония измеряют оптическую плотность анализируемого и контрольного растворов по отношению к воде так же, как при построении градуировочного графика.

Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного раствора.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах.

Окраска роданистого комплекса устойчива в течение 5 мин.

Допускается заканчивать определение визуально.

3.3.2.1, 3.3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3.3. Определение с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием

3.3.3.1. *Построение градуировочного графика*

При применении кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм растворы сравнения готовят следующим образом: в пять мерных колб помещают растворы, содержащие 0,002, 0,005, 0,010, 0,020, 0,040 мг железа и добавляют около 20 см³ воды.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железо.

К каждому раствору прибавляют 3 см³ раствора соляной кислоты, 1 см³ раствора надсернокислого аммония, 4 см³ раствора роданистого аммония, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 5 мин измеряют оптические плотности растворов сравнения и контрольного раствора по отношению к воде на спектрофотометре при длине волны 450 нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 450—480 нм.

Из значения оптической плотности раствора сравнения вычитают значение оптической плотности контрольного раствора. По полученным данным строят градуировочный график.

3.3.3.2. *Проведение анализа*

20 см³ анализируемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее проводят определение, как описано в п. 3.3.3.1.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах.

Допускается заканчивать определение визуально.

3.3.3.1, 3.3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3.3а. Определение с предварительным окислением железа пероксидом водорода

3.3.3а.1. *Построение градуировочного графика*

При применении кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм растворы сравнения готовят следующим образом: в конические колбы вместимостью 100 см³ помещают растворы, содержащие 0,002; 0,005; 0,010; 0,020; 0,040 мг железа и добавляют около 20 см³ воды и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа.

В каждый раствор прибавляют раствор соляной кислоты до pH 1 (проба на вынос) и 0,5 см³ избытка раствора соляной кислоты, прибавляют 2 см³ раствора пероксида водорода, нагревают до кипения и кипятят 2—3 мин.

Охлажденные растворы переносят в мерные колбы, прибавляют 0,5 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ раствора роданистого аммония и доводят объем растворов водой до метки.

Через 2 мин измеряют оптическую плотность растворов по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при длине волны 450 нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 450—480 нм.

По полученным данным строят градуировочный график.

3.3.3а.2. *Проведение анализа*

20 см³ анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют раствор соляной кислоты до pH 1 (проба на вынос) и 0,5 см³ избытка соляной кислоты, прибавляют 2 см³ раствора пероксида водорода и далее проводят определение, как описано в п. 3.3.3а.1.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах.

Допускается заканчивать определение визуально.

При определении массы железа свыше 0,040 мг (до 0,1 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего свет слоя и соответственно изменяют объем реактивов для приготовления растворов сравнения.

3.3.3а—3.3.3а.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3.4. Визуально-колориметрическое определение с извлечением органическим растворителем

3.3.4.1. *Определение массовой доли примеси железа сравнением со шкалой растворов*

20 см³ анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 0,3 см³ раствора азотной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 2—3 мин. Охлажденный раствор переносят в цилиндр (с притертой пробкой) вместимостью 50 см³, прибавляют 0,5 см³ раствора соляной кислоты и 4 см³ раствора роданистого аммония, доводят объем раствора водой до 40 см³, прибавляют 10 см³ изоамилового спирта и раствор энергично встряхивают.

После расслоения окраску спиртового слоя анализируемого раствора сравнивают на фоне молочного стекла в проходящем свете с окраской спиртового слоя раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме массу железа в миллиграммах, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов и реактивов.

При помутнении спиртовый слой фильтруют через сухой фильтр.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.4.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.3.5. Относительные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений (d) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ для всех вариантов роданидного метода приведены в табл. 4.

Таблица 4

Найденная масса железа, мг	Δ, %	d, %
От 0,002 до 0,004	±60	20
Св. 0,004 » 0,01	±30	20
» 0,01 » 0,05	±20	10

Примечание. При определении массы железа свыше 0,05 мг (до 0,1 мг) метрологические характеристики (Δ и d) указывают в нормативно-технической документации на продукцию.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.6. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.4. Сульфосалициловый метод

Метод основан на образовании сульфосалицилата железа, окрашенного в аммиачной среде в желтый цвет. Определению мешают ионы марганца. Щелочные и щелочноземельные металлы, кадмий, цинк и большинство анионов, включая фосфаты, определению не мешают.

3.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 29227;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 10 %.

3.4.2. *Построение градуировочного графика*

При применении кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм растворы сравнения готовят следующим образом: в шесть мерных колб помещают растворы, содержащие 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 и 0,050 мг железа и прибавляют около 20 см³ воды.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа.

К каждому раствору прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора 2-водной сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 см³ раствора аммиака, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптические плотности растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при длине волны 420 нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 400—440 нм.

По полученным данным строят градуировочный график. При применении кювет с меньшей толщиной поглощающего свет слоя массу железа и объемы реактивов в растворах сравнения соответственно изменяют.

При определении массы железа свыше 0,050 мг (до 0,5 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего свет слоя и соответственно изменяют объемы растворов для приготовления растворов сравнения.

3.4.3. *Проведение анализа*

20 см^3 анализируемого раствора помещают в мерную колбу, прибавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты, 2 см^3 раствора 2-водной сульфосалициловой кислоты и перемешивают. Затем прибавляют 5 см^3 раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор так же, как при построении градуировочного графика.

Через 10 мин измеряют оптические плотности анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах.

Допускается заканчивать определение визуально.

3.4.1—3.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4.4. При определении примеси железа в солях цинка и кадмия прибавляют раствор аммиака до полного растворения выпадающего вначале осадка, а затем 5 см^3 избытка того же раствора.

Окраска сульфосалицилового комплекса устойчива 24 ч.

3.4.5. Относительные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений (d) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведены в табл. 5.

Таблица 5

Найденная масса железа, мг	Δ, %	d, %
От 0,005 до 0,01	±25	20
» 0,01 » 0,05	±10	15

Примечание. При определении массы железа свыше 0,05 мг (до 0,5 мг) метрологические характеристики (Δ и d) указывают в нормативно-технической документации на продукт.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.6. **(Исключен, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29.08.75 № 2285

3. ВЗАМЕН ГОСТ 10555—63

4. Стандарт включает все требования СТ СЭВ 1748—79

5. Стандарт полностью соответствует МС ИСО 6353-182

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	3.2а.1	ГОСТ 5830—79	3.1.1, 3.3.1
ГОСТ 199—78	3.1.1	ГОСТ 6006—78	3.3.1
ГОСТ 1770—74	1.12, 2.1, 3.1.1, 3.2.2, 3.2а.2, 3.3.1, 3.4.1	ГОСТ 6016—77	3.3.1
		ГОСТ 6709—72	2.1, 3.1.1, 3.2.2, 3.2а.2, 3.3.1, 3.4.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1.1, 3.2.2, 3.3.1, 3.4.1		
ГОСТ 3652—69	3.2.2	ГОСТ 10929—76	3.3.1
ГОСТ 3760—79	2.1, 3.2.2, 3.4.1	ГОСТ 20478—75	3.3.1
ГОСТ 4212—76	1.4	ГОСТ 22300—76	3.3.1
ГОСТ 4461—77	2.1, 3.3.1	ГОСТ 24104—88	1.1а
ГОСТ 4478—78	3.4.1	ГОСТ 25336—82	1.12, 2.1, 3.1.1, 3.2а.2, 3.3.1
ГОСТ 4517—87	2.1, 3.1.1, 3.2.2, 3.2а.2, 3.2а.5, 3.3.1, 3.4.1	ГОСТ 27025—86	1.1а, 1.6в
		ГОСТ 27067—86	3.3.1
ГОСТ 5456—79	3.1.1, 3.2.2	ГОСТ 29227—91	2.1, 3.1.1, 3.2.2, 3.2а.2, 3.3.1, 3.4.1

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

8. ИЗДАНИЕ (июль 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1980 г., мае 1988 г. (ИУС 9—80, 9—88)

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *О. Н. Власова*
Корректор *Н.И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 05.09.2006. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 72 экз. Зак. 612. С 3231.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано в Калужской типографии стандартов.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru