ГОСТ 28647—90
(ИСО 1657—86)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУК И КАУЧУКОВЫЙ ЛАТЕКС

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ 1,10-ФЕНАНТРОЛИНА

Издание официальное

БЗ 8—2004

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.4:543.06:006.354 Группа Л69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУК И КАУЧУКОВЫЙ ЛАТЕКС

Фотометрический метод определения железа с использованием 1,10-фенантролина

ГОСТ 28647—90

(ИСО 1657—86)

Rubber, raw and rubber latex. Determination of iron content. 1,10-Phenanthroline photometric method

МКС 83.040.10
ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.92

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения содержания железа от 5 до 1000 мг/кг с использованием 1,10-фенантролина в ненаполненных смесях на основе натурального и синтетического каучуков, которые не содержат хлор, и в соответствующих ненаполненных латексах.

2. ССЫЛКИ

ИСО 123—85 «Каучуковый латекс. Отбор проб»
ИСО 124—85 «Каучуковые латексы. Определение сухого остатка»
ИСО 247—78 «Каучук. Определение содержания золы»
ИСО 1795—74 «Каучук в кипах. Отбор проб»
ИСО 1796—82 «Каучук. Подготовка образцов»
ИСО 4793—80 «Лабораторные пористые фильтры. Классификация, обозначение и степень пористости».

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Получают золу каучука или высушенных твердых частиц латекса в тигле. Экстрагируют золу соляной кислотой и доводят раствор до стандартного объема.

После регулирования pH введением буферного раствора обрабатывают аликвотную часть раствора хлористым гидроксиламмонием с целью восстановления любого присутствующего железа (III) в железо (II), а также 1,10-фенантролина, с которым железо (II) образует оранжево-красный комплекс. Измеряют оптическую плотность этого раствора, которая пропорциональна концентрации железа.

Примечание. Приведенный метод почти полностью соответствует методу, приведенному в ИСО 6685.

4. РЕАКТИВЫ

Реактивы должны быть аналитического качества и высшей чистоты и пригодными для анализа следов металла. Вода должна быть дистиллированной или эквивалентной чистоты.

4.1. Соляная кислота, $\rho = 1{,}19$ г/см^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2005

4.2. Раствор 1,10-фенантролина

Растворяют 0,5 г 1,10-фенантролин моногидрата фенантролина в горячей воде и после охлаждения, убедившись, что не выделился осадок, доводят раствор до 500 $см^3$.

Раствор хранят в темном месте и используют только бесцветные растворы.

4.3. Раствор хлорида гидроксиламмония

Растворяют 10 г хлорида гидроксиламмония в 100 $см^3$ воды.

4.4. Буферный раствор

Растворяют 164 г безводного ацетата натрия в 250 $см^3$ воды и добавляют в раствор 28,5 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, $\rho = 1{,}05$ г/$см^3$. Разбавляют эту смесь до 500 $см^3$ и при помутнении раствор фильтруют непосредственно перед использованием. Если при получении градуировочной кривой буферный раствор дает интенсивно окрашенные эталонные растворы, то можно приготовить другой раствор растворением 80 г гидроокиси натрия или 106 г безводного карбоната натрия в 200 $см^3$ воды с последующим введением 142,5 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и доведением раствора до 500 $см^3$.

4.5. Стандартный раствор железа, $\rho = 0{,}1$ г/$дм^3$.

Растворяют в воде 0,702 г гексагидрата сульфата сернокислого железа (II) $[NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$, взвешенного с точностью до 0,0005 г в мерной колбе на 1000 $см^3$ с одной меткой. Добавляют 3 $см^3$ концентрированной соляной кислоты $\rho = 1{,}19$ г/$см^3$, и доводят водой до метки.

Такой раствор стабилен обычно не менее 1 мес.

1 $см^3$ этого стандартного раствора содержит 0,1 мг железа.

4.6. Стандартный раствор железа для градуировки, $\rho = 0{,}01$ г/$дм^3$.

Вносят пипеткой 10 $см^3$ стандартного раствора железа (п. 4.5) в мерную колбу на 100 $см^3$ с одной меткой и разбавляют водой до метки.

1 $см^3$ этого стандартного раствора содержит 0,01 мг железа.

Этот раствор следует готовить время от времени из основного раствора (п. 4.5) и использовать свежим.

5. АППАРАТУРА

Используют обычную аппаратуру, а также указанную в пп. 5.1—5.7.

5.1. Колориметр или спектрофотометр для измерения оптической плотности при длине волны 510 нм в кюветах толщиной 5 см.

5.2. Кварцевый или фарфоровый тигель номинальной вместимостью 50—80 $см^3$.

5.3. Муфельная печь, обеспечивающая температуру (525 ± 25) °С.

5.4. Теплоизоляционная доска без железа размером 100 × 100 мм, толщиной 6 мм с отверстием в центре или кварцевый треугольник. Отверстие в теплоизоляционной плите или размер кварцевого треугольника должны быть такими, чтобы приблизительно $^2/_3$ тигля находилось ниже плиты.

5.5. Мерные колбы с одной меткой, вместимостью 50 $см^3$.

5.6. Градуировочные прецизионные пипетки или бюретки.

5.7. Тигель из пористого стекла Р40 или Р100 (см. ИСО 4793).

6. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ИСО 1795.

Отбор проб латекса проводят в соответствии с одним из методов, установленных в ИСО 123.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

7.1. Подготовка гомогенизированного испытуемого образца

Для определения железа в каучуке готовят гомогенизированный образец в соответствии с ИСО 1796.

Для определения железа в латексе готовят гомогенный образец, высушенный до постоянной массы по ИСО 124, используя часть тщательно смешанного латекса, содержащего не менее 10 г твердых частиц.

На всех этапах подготовки образцов следует избегать загрязнения железом за счет ржавых ножей, ножниц, вальцев или другого нехромированного оборудования.

7.2. Получение градуировочной кривой

7.2.1. Приготовление стандартных окрашенных растворов

В несколько мерных колб на 50 см^3 с одной меткой (п. 5.5) добавляют порциями от 0 до 20 см^3 (например 0; 0,5; 5; 10; 15; 20 см^3) стандартный раствор железа (п. 4.6). В этих порциях содержится от 0 до 200 мкг железа.

7.2.2. Получение окрашенных растворов

В каждую колбу (п. 7.2.1) вводят 1 см^3 концентрированной соляной кислоты (п. 4.1), 10 см^3 буферного раствора (п. 4.4), 1 см^3 раствора хлористого гидроксиламмония (п. 4.3) и 10 см^3 раствора 1,10-фенантролина (п. 4.2). Доводят объем растворов до метки и тщательно перемешивают. Растворы выдерживают при комнатной температуре 15 мин.

7.2.3. Фотометрические измерения

Измеряют поглощение растворов на колориметре или спектрофотометре (п. 5.1) при длине волны приблизительно 510 нм в кюветах толщиной 5 см.

Действительные значения получают с учетом оптической плотности раствора, не содержащего железа. Если измерения проводят с помощью двулучевого прибора, то помещают ячейку, содержащую раствор без железа, в реперный луч. Измеряют оптическую плотность каждого стандартного раствора по сравнению с раствором, не содержащим железа.

7.2.4. Построение графика

Строят график зависимости оптической плотности стандартного раствора от соответствующих значений концентрации железа (п. 7.2.1). Получают градуировочный график, который следует периодически проверять в зависимости от местных условий и типа используемого прибора.

7.3. Определение

Следует соблюдать меры предосторожности, принятые при проведении анализа следов металла.

7.3.1. Приготовление испытуемого раствора

Нарезают на небольшие куски массой около 0,1 г 10 г испытуемого гомогенизированного образца (п. 7.1), полученного из каучука или высушенного латекса, переносят в непротравленный тигель и взвешивают с точностью до 0,01 г. Помещают тигель в отверстие, вырезанное в теплоизоляционной плите (п. 5.4). Нагревают в слабом газовом пламени* до получения карбонизованного остатка, а затем переносят тигель в муфельную печь (п. 5.3), нагретую до температуры (550 ± 25) °С.

По другому методу заворачивают взвешенный образец в кусок беззольного фильтра диаметром около 150 мм и переносят в тигель, который вместе с содержимым помещают в печь при температуре (550 ±25) °С и закрывают дверцы.

Предупреждение. Дверцы печи не должны открываться в течение первого часа из-за опасности воспламенения горючих газов. После того как углерод выгорит, извлекают и охлаждают тигель.

Добавляют 5 см^3 соляной кислоты (п. 4.1) и 5 см^3 воды в тигель и ставят смесь на паровую баню на 30—60 мин. Если раствор приобретает интенсивный желтый цвет, указывающий на присутствие большого количества железа, то добавляют еще 5 см^3 соляной кислоты и выдерживают на паровой бане еще 30 мин. Фильтруют раствор через стеклянный пористый фильтр (п. 5.7), переносят фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (п. 5.5) и после охлаждения доводят раствор до метки.

7.3.2. Определение окраски

Переносят аликвотную часть испытуемого раствора (п. 7.3.1), содержащего не более 2 см^3 соляной кислоты (п. 4.1) или 400 мкг железа, в мерную колбу вместимостью 50 см^3 с одной меткой. Вводят 10 см^3 буферного раствора (п. 4.4), затем 1 см^3 раствора хлористого гидроксиламмония (п. 4.3) и 10 см^3 раствора 1,10-фенантролина (п. 4.2). Доводят раствор водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор должен находиться при комнатной температуре в течение 15 мин.

7.3.3. Холостой опыт

Параллельно с определением и по такой же методике проводят холостой опыт с использованием аналогичной фильтровальной бумаги и тигля, а также одинаковых количеств всех реагентов, которые применяют при определении.

7.3.4. Фотометрические измерения

После проявления окраски проводят фотометрические измерения испытуемого (п. 7.3.1) и холостого (п. 7.3.3) растворов, измеряя оптическую плотность растворов при той же длине волны, что и при получении градуировочного графика. Корректируют измеренные значения с учетом оптической плотности раствора холостого опыта. Если оптическую плотность измеряют на двулучевом приборе, то помещают ячейку с холостым раствором в реперный луч и измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по сравнению с раствором холостого опыта.

---

* Перегрев может вызвать потерю железа при использовании кварцевых тиглей.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По градуировочному графику определяют концентрацию железа в соответствии с откорректированными значениями и по нему рассчитывают содержание железа в испытуемом образце.

Выражают результаты в массовых долях железа на миллион.

9. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

1) ссылку на настоящий стандарт;
2) идентификацию испытуемого образца;
3) результаты и используемый метод их обработки;
4) необычные характеристики, отмечаемые в процессе определения;
5) любые операции, не предусмотренные данным стандартом или стандартами, на которые сделаны ссылки.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ВНЕСЕН Министерством химической и нефтехимической промышленности СССР

2. Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.08.90 № 2426 введен в действие государственный стандарт СССР ГОСТ 28647—90, в качестве которого непосредственно применен международный стандарт ИСО 1657—86, с 01.01.92

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Раздел, в котором приведена ссылка	Обозначение соответствующего стандарта	Обозначение отечественного нормативно-технического документа, на который дана ссылка
2; 6	ИСО 123—85	—
2; 7	ИСО 124—85	—
2	ИСО 247—78	—
2; 6	ИСО 1795—74	—
2; 7	ИСО 1796—82	—
2; 5.7	ИСО 4793—80	—
3	ИСО 6685—82	—

4. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2005 г.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 08.08.2005. Подписано в печать 16.08.2005. Формат 60 × 84$^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50. Тираж 60 экз. Зак. 557. С 1675.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru