МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10555— 2016

РЕАКТИВЫ И ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА

Колориметрические методы определения примеси железа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2016 г. № 1640-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10555—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10555—75

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Подготовка к анализу 3
5 Методы анализа 4
5.1 Батофенантролиновый метод 4
5.2 2,2'-дипиридиловый метод 5
5.3 1,10-фенантролиновый метод 6
5.4 Роданидный метод 7
5.5 Сульфосалициловый метод 9

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РЕАКТИВЫ И ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА

Колориметрические методы определения примеси железа

Reagents and superpure substances. Colorimetric methods for determination of ferrum impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и особо чистые вещества (далее — продукты) и устанавливает следующие колориметрические методы определения примеси железа:

- батофенантролиновый метод;
- 2,2'-дипиридиловый метод;
- 1,10-фенантролиновый метод;
- роданидный метод;
- сульфосалициловый метод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5830 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6006 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

ГОСТ 6016 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 20478 Реактивы. Аммоний надсернокислый. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 22300 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие указания к проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы высокого класса точности (II) с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.2 Масса железа в навеске анализируемого продукта должна быть в пределах:

- от 0,001 до 0,030 мг для батофенантролинового метода;
- » 0,002 » 0,500 мг для 2,2'-дипиридилового метода;
- » 0,002 » 0,200 мг для 1,10-фенантролинового метода;
- » 0,002 » 0,100 мг для роданидного метода;
- » 0,005 » 0,500 мг для сульфосалицилового метода.

3.3 Применяемый метод и необходимые условия анализа должны быть указаны в нормативном документе или технической документации на анализируемый продукт.

3.4 Навеску анализируемого продукта в зависимости от массовой доли железа устанавливают в нормативном документе или технической документации на соответствующий продукт.

3.5 Навеску анализируемого продукта, а также навески реактивов для приготовления необходимых растворов, применяемых при определении массовой доли железа, взвешивают и результат взвешивания, г, записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

3.6 Массу примеси железа определяют не менее чем в двух параллельных навесках. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух определений.

3.7 Раствор, массовой концентрации железа Fe 1 мг/см^3, готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см^3 Fe. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

3.8 Если требуется добавление к раствору сравнения анализируемого продукта или других реактивов, то это должно быть указано в нормативном документе или технической документации на анализируемый продукт.

3.9 Если после растворения и подкисления пробы наблюдают помутнение, анализируемый раствор фильтруют.

Появление помутнения после добавления реактивов указывает на неприменимость метода.

3.10 При проведении анализа после добавления каждого реактива растворы перемешивают.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

3.12 Толщина поглощающего свет слоя раствора и масса железа, применяемая при построении градуировочных графиков, должны быть указаны в нормативном документе или технической документации на анализируемый продукт.

3.13 Построение градуировочного графика и вычисление массовой доли примеси железа — по ГОСТ 27025 (9.3.6 и 9.3.7 соответственно).

3.14 Фотометрическое определение проводят на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре любого типа при соответствующей длине волны.

3.15 При массе примеси железа в меньших пределах (от 0,0005 до 0,0010 мг) определение проводят визуально-колориметрически батофенантролиновым или роданидным методами с экстракцией в меньшем объеме растворителя (2—3 $см^3$).

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

3.17 При невозможности определения примеси железа непосредственно из навески продукта проводят подготовку анализируемого раствора, как указано в нормативном документе или технической документации на соответствующий продукт, или по способу, описанному в разделе 4.

3.18 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.

3.19 При визуально-колориметрическом и визуальном определениях готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси железа соответствует норме, во втором составляет половину нормы и в третьем — две нормы. Допускаемая суммарная погрешность результата анализа составляет ±50 % при доверительной вероятности P = 0,95.

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

4 Подготовка к анализу

4.1 Подготовка к анализу окрашенных соединений

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

4.1.1 Посуда, реактивы и растворы

Воронка В-25—36 по ГОСТ 25336.

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

Пипетка 1(2)—1(2)—1—1(2,5) по ГОСТ 29227.

Стакан В-1(2)—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50(100)—2 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.

Фильтр обеззоленный «белая лента».

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.

4.2 Отделения железа

Навеску анализируемого продукта 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 два-три 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.

5 Методы анализа

5.1 Батофенантролиновый метод

5.1.1 Сущность метода

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.

5.1.2 Посуда, реактивы и растворы

Воронка ВД-1(3)—100 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)—1(2)—1—1(2,5,25) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—50(100)—2 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.

5.1.3 Построение градуировочного графика

При применении кювет с толщиной поглощающего свет слоя раствора 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 Fe, и доводят объемы растворов водой до 30 $см^3$ (объем добавляемой воды определяют 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 0,030 мг) применяют кюветы с другой толщиной поглощающего свет слоя раствора и соответственно изменяют объемы реактивов для приготовления растворов сравнения (объем изоамилового спирта оставляют 10 $см^3$).

5.1.4 Проведение анализа

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, 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 раствора по отношению к контрольному раствору, как описано в 5.1.3.

Допускается заканчивать определение визуально.

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

5.1.5 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 1.

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

Таблица 1

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

5.2 2,2'-дипиридиловый метод

5.2.1 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 кислотой или гидрохлоридом гидроксиламина (восстановитель должен быть указан в нормативном документе или технической документации на продукт).

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.

5.2.2 Посуда, реактивы и растворы

Колбы 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)—1(2)—1—1(2,5,10,25) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—50—2 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, водно-этанольный 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.

5.2.3 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 Fe, 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.

Раствором аммиака устанавливают pH раствора от 3 до 4 (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 0,500 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего свет слоя раствора и соответственно изменяют объемы реактивов для приготовления растворов сравнения.

5.2.4 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 5.2.3.

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

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

Определение железа в соединениях алюминия проводят по 5.2.4 с добавлением 10 см^3 раствора лимонной кислоты с массовой долей 30 %, перед добавлением восстановителя.

5.2.5 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 2.

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

Таблица 2

Найденная масса железа, мг	Δ, %	d, %
От 0,002 до 0,01	±30	30
Св. 0,01 до 0,03	±20	25
Св. 0,03 до 0,05	±10	10
Примечание — При определении массы железа свыше 0,05 мг (до 0,5 мг) метрологические характеристики (Δ и d) указывают в нормативном документе или технической документации на продукцию.		

5.3 1,10-фенантролиновый метод

5.3.1 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) гидрохлоридом гидроксиламина. Окраска комплекса устойчива в течение длительного времени.

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

5.3.2 Посуда, реактивы и растворы

Колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)—1(2)—1—1(2,5,10,25) по ГОСТ 29227.

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

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 12 %.

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

5.3.3 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 Fe.

Доводят объемы растворов водой до 20 см^3 (объем добавляемой воды расчитывают 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 водой до метки.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов 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 0,200 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего светового слоя раствора и соответственно изменяют объемы реактивов для приготовления растворов сравнения.

5.3.4 Проведение анализа

5.3.4.1 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 водой до метки.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, как описано в 5.3.3.

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

Допускается заканчивать определение визуально.

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

5.3.5 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 3.

Относительные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений d и допускаемая относительная суммарная погрешность Δ при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Найденная масса железа, мг	Δ, %	d, %
От 0,002 до 0,01	±30	30
Св. 0,01 до 0,03	±20	25
Св. 0,03 до 0,05	±10	10
Примечание — При определении массы железа свыше 0,05 мг (до 0,2 мг) метрологические характеристики (Δ и d) указывают в нормативном документе или технической документации на продукцию.		

5.4 Роданидный метод

5.4.1 Сущность метода

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.

5.4.2 Посуда, реактивы и растворы

Колбы Кн-2—50—22 ТХС и Кн-2—100—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)—1(2)—1—1(2,5,10,25) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 2(4)—50(100)—2 по ГОСТ 1770.

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

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.

Эфир бутиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300.

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

5.4.3 Определение с предварительным окислением железа азотной кислотой

5.4.3.1 Построение градуировочного графика

При применении кювет с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм растворы сравнения готовят следующим образом: в конические колбы вместимостью 100 см^3 помещают растворы, со-

держащие 0,002; 0,005; 0,010; 0,020; 0,040 и 0,050 мг Fe, 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 оптическую плотность 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 растворов сравнения вычитают значение оптической плотности контрольного раствора. По полученным данным строят градуировочный график.

При определении массы железа свыше 0,050 мг (до 0,100 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего светового слоя раствора и соответственно изменяют объемы реактивов для приготовления растворов сравнения.

5.4.3.2 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, мг.

Окраска роданистого комплекса устойчива в течение 5 мин.

Допускается заканчивать определение визуально.

5.4.4 Определение с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием

5.4.4.1 Построение градуировочного графика

При применении кювет с толщиной поглощающего свет слоя раствора 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 Fe, и добавляют около 20 $см^3$ воды.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железо.

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

Через 5 мин измеряют оптическую плотность 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 растворов сравнения вычитают значение оптической плотности контрольного раствора. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4.4.2 Проведение анализа

20 $см^3$ анализируемого раствора помещают в мерную колбу и далее проводят определение, как описано в 5.4.4.1.

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

Допускается заканчивать определение визуально.

5.4.5 Определение с предварительным окислением железа пероксидом водорода

5.4.5.1 Построение градуировочного графика

При применении кювет с толщиной поглощающего свет слоя раствора 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 мг железа, добавляют около 20 $см^3$ 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 $см^3$ избытка раствора соляной кислоты, прибавляют 2 $см^3$ раствора пероксида водорода, нагревают до кипения и кипятят 2-3 мин.

Охлажденные растворы переносят в мерные колбы, прибавляют 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты, 5 $см^3$ 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.

5.4.5.2 Проведение анализа

20 $см^3$ анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют раствор соляной кислоты до pH 1 (проба на вынос) и 0,5 $см^3$ избытка соляной кислоты, прибавляют 2 $см^3$ раствора пероксида водорода и далее проводят определение, как описано в 5.4.5.1.

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

Допускается заканчивать определение визуально.

При определении массы железа свыше 0,040 мг (до 0,100 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего свет слоя раствора и соответственно изменяют объем реактивов для приготовления растворов сравнения.

5.4.6 Визуально-колориметрическое определение железа с извлечением органическим растворителем

5.4.6.1 20 $см^3$ анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 0,3 $см^3$ раствора азотной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 2-3 мин. Охлажденный раствор переносят в цилиндр (с пришлифованной пробкой) вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты и 4 $см^3$ раствора роданистого аммония, доводят объем раствора водой до 40 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ изоамилового спирта или другого органического растворителя по 5.4.1 и энергично встряхивают раствор.

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, мг, указанную в нормативном документе или технической документации на анализируемый продукт, и те же объемы растворов и реактивов.

При помутнении спиртовой слой фильтруют через сухой фильтр.

5.4.7 Обработка результатов

За результат анализа при фотометрическом определении принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 4.

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 таблице 4.

Таблица 4

Найденная масса железа, мг	Δ, %	d, %
От 0,002 до 0,004	±60	20
Св. 0,004 до 0,01	±30	20
Св. 0,01 до 0,05	±20	10
Примечание — При определении массы железа свыше 0,05 мг (до 0,1 мг) метрологические характеристики (Δ и d) указывают в нормативном документе или технической документации на продукцию.		

5.5 Сульфосалициловый метод

5.5.1 Сущность метода

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.

5.5.2 Посуда, реактивы и растворы

Колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)—1(2)—1—1(2,5,10,25) 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 %.

5.5.3 Построение градуировочного графика

При применении кювет с толщиной поглощающего свет слоя раствора 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 Fe, и прибавляют около 20 $см^3$ воды.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа.

К каждому раствору прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 2 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 $см^3$ 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 раствора массу железа и объемы реактивов для приготовления растворов сравнения соответственно изменяют.

При определении массы железа свыше 0,050 мг (до 0,500 мг) применяют кюветы с меньшей толщиной поглощающего свет слоя и соответственно изменяют объемы растворов для приготовления растворов сравнения.

5.5.4 Проведение анализа

5.5.4.1 20 $см^3$ анализируемого раствора помещают в мерную колбу, прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 2 $см^3$ раствора 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 оптическую плотность 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, мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

5.5.4.2 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 в течение 24 ч.

5.5.5 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 5.

Относительные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений d и допускаемая относительная суммарная погрешность Δ при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 5.

Таблица 5

Найденная масса железа, мг	Δ, %	d, %
От 0,005 до 0,01	±25	20
От 0,01 до 0,05	±10	15
Примечание — При определении массы железа свыше 0,05 мг (до 0,5 мг) метрологические характеристики (Δ и d) указывают в нормативном документе или технической документации на продукт.		

УДК 54—41:546—72.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, вещества особо чистые, методы анализа, колориметрические методы, определения примеси железа

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 28.03.2019. Подписано в печать 16.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru