ГОСТ 12868—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИОНИТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 8—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.183.12:546.72.06:006.354 Группа Л99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИОНИТЫ

Методы определения железа

ГОСТ 12868—77

Ion-exchange resins.
Methods for determination of iron

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на ионообменные смолы и устанавливает комплексонометрический и фотоколориметрический методы определения железа в полимеризационных и поликонденсационных ионитах гелевой и макропористой структуры.

Для ионитов с массовой долей железа от 0,002 до 0,2 % применяют фотоколориметрический метод, а 0,2 % и более — комплексонометрический метод.

1. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Электрошкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру от 50 до 200 °С с погрешностью регулирования температуры не более 5 °С.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 900 °С.

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Колбы мерные исполнений 1, 2 класса точности 2 вместимостью 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Колба коническая типа Кн исполнений 1, 2 вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные исполнений 1, 2 вместимостью 10 $см^3$ и исполнений 1—4 вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Бюретки исполнений 1—3 класса точности 2 вместимостью 25 $см^3$ с ценой деления не более 0,05 $см^3$.

Пипетки исполнения 2 класса точности 2 вместимостью 1, 5, 10 и 25 $см^3$ и исполнений 2, 4, 5 классов точности 1, 2 вместимостью 1 $см^3$.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Тигель фарфоровый № 5 высокой формы с крышкой по ГОСТ 9147.

Кислота аминоуксусная по ГОСТ 5860, ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., концентрированная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., концентрированная и раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н.).

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.д.а., концентрированная.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.д.а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 25 %-ный раствор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч.д.а., раствор концентрации c (1/2 $Na_2H_{14}C_{10}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н.).

Вариаминовый синий (индикатор); готовят следующим образом: 1,0 г индикатора тщательно растирают в ступке с 99 г сухого хлористого натрия.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, ч.д.а., 10 %-ный раствор.

Ортофенантролин; готовят следующим образом: 0,28 г моногидрата растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 $см^3$. Хранят в темной склянке с притертой пробкой на холоде.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Квасцы железоаммонийные по НТД, х.ч., основной раствор; готовят по ГОСТ 4212, рабочий раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 200 раз раствором серной кислоты концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.).

1 см^3 этого раствора содержит 0,005 мг железа.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная, отвечающая требованиям ГОСТ 6709.

Бумага индикаторная универсальная, pH 1,0—10,0.

Бумага индикаторная конго.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или любые аналогичные такого же класса точности.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1. Определение железа комплексонометрическим методом

2.1.1. *Принцип метода*

Принцип комплексонометрического метода определения железа заключается в способности ионов трехвалентного железа образовывать с трилоном Б устойчивые комплексные соединения. Анализ проводят в присутствии индикатора вариаминового синего при pH 2—3.

2.1.2 *Проведение анализа*

1,0—1,5 г ионита, высушенного до постоянной массы по ГОСТ 10898.1, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в фарфоровый тигель, смачивают 0,5—1,0 см^3 концентрированной серной кислоты, помещают в холодную муфельную печь и постепенно нагревают.

Тигель с содержимым прокаливают 2 ч в муфельной печи при 850—900 °С до разрушения гранул ионита. Полученную золу растворяют в 5 см^3 соляной кислоты с добавлением 3—5 капель азотной кислоты.

Далее содержимое тигля закрывают крышкой и нагревают на водяной бане до растворения золы. При необходимости операцию растворения повторяют после упаривания раствора досуха. Крышку после нагрева обмывают 2—3 см^3 воды, собирая промывные воды в тот же тигель.

Затем содержимое тигля количественно переносят в коническую колбу, доводят объем раствора до 100 см^3 водой и осторожно нейтрализуют аммиаком до pH 2—3 по универсальной индикаторной бумаге.

К нейтрализованному раствору добавляют 0,2—0,5 г аминоуксусной кислоты, индикатор вариаминовый синий небольшими порциями (на кончике шпателя) и медленно, по каплям, титруют трилоном Б до перехода фиолетовой окраски в желтую.

Параллельно проводят контрольное определение с теми же количествами реактивов и при тех же условиях.

2.2. Определение железа фотоколориметрическим методом

2.2.1. *Принцип метода*

Принцип фотоколориметрического метода определения железа заключается в способности ионов двухвалентного железа образовывать с ортофенантролином комплексные соединения, окрашенные в оранжево-красный цвет при pH 3—9.

2.2.2. *Проведение анализа*

Около (1±0,1) г ионита, высушенного до постоянной массы по ГОСТ 10898.1, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, далее проводят озоление навески ионита и последующее растворение золы по п. 2.1.2.

Содержимое тигля количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Из колбы отбирают 5, 10 или 25 см^3 раствора в зависимости от содержания железа, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 1 см^3 раствора гидроксиламина, выдерживают 1 мин, затем добавляют 1 см^3 раствора ортофенантролина, раствор аммиака по каплям до исчезновения синей окраски бумаги конго. После этого объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и оставляют на 10—15 мин до появления устойчивой окраски. Железо определяют на фотоколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 490—540 нм и кюветы с толщиной рабочего слоя 20 мм.

Параллельно проводят контрольное определение без пробы ионита (контрольный раствор) с теми же реактивами и при тех же условиях, начиная с добавления соляной кислоты.

Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят 2; 5; 10; 15; 20 $см^3$ рабочего раствора железоаммонийных квасцов, что соответствует массе железа в нем соответственно 0,01; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1 мг. В колбы добавляют по 10 $см^3$ дистиллированной воды, а остальные реактивы прибавляют в том же порядке, как и к анализируемой пробе. Окраска растворов сравнения устойчива в течение двух месяцев при хранении в темном месте.

По контрольному раствору устанавливают стрелку прибора на нуль и измеряют оптическую плотность растворов сравнения и анализируемой пробы.

Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу железа в миллиграммах, а на оси ординат соответствующие значения оптических плотностей.

2.1—2.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Массовую долю железа, определенную комплексонометрическим методом (X), в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}00028 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б концентрации точно c (1/2 $Na_2H_{14}C_{10}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = =0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н.), израсходованный на титрование, $см^3$;

V_2 — объем раствора трилона Б концентрации точно c (1/2 $Na_2H_{14}C_{10}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = =0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н.), израсходованный на титрование контрольного раствора, $см^3$;

0,00028 — масса железа, соответствующая 1 $см^3$ раствора трилона Б концентрации точно c (1/2 $Na_2H_{14}C_{10}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н.), г;

m — масса сухого ионита, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 отн. %.

3.2. Массовую долю железа, определенную фотоколориметрическим методом (X_2), в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{10 \cdot m_1}{V \cdot m},$$

где m_1 — масса железа в колориметрируемой пробе, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем пробы, взятый для фотоколориметрирования, $см^3$;

m — масса сухого ионита, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 6 отн. %.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И. Серенков, В.А. Вакуленко, Е.Л. Татевосян, Е.И. Касьяненко, Т.А. Полякова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.04.77 № 873

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 12868—67

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела пункта
ГОСТ 1770—74	1	ГОСТ 5860—75	1
ГОСТ 3118—77	1	ГОСТ 6709—72	1
ГОСТ 3760—79	1	ГОСТ 9147—80	1
ГОСТ 4204—77	1	ГОСТ 10652—73	1
ГОСТ 4212—76	1	ГОСТ 10898.1—84	2.1.2; 2.2.2
ГОСТ 4233—77	1	ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 4461—77	1	ГОСТ 25336—82	1
ГОСТ 5456—79	1		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.99. Подписано в печать 15.03.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,45.
Тираж 127 экз. С2241. Зак. 217.

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