МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА СОЛЯНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение содержания железа спектрофотометрическим методом с применением 2,2′-бипиридила

Издание официальное

БЗ 5—2002

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Киевский научно-исследовательский институт «СИНТЕКО» с опытным заводом»

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28 мая 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 909—68 «Кислота соляная техническая. Определение содержания железа. Спектрофотометрический метод с применением 2,2′-бипиридила» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны, которые в тексте выделены курсивом

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 5 апреля 2002 г. № 135-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30582—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2002 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Аппаратура, реактивы, растворы 2
5 Подготовка к анализу 2
6 Проведение анализа 3
7 Обработка результатов 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА СОЛЯНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение содержания железа спектрофотометрическим методом с применением 2,2 ′-бипиридила

Hydrochloric acid for industrial use.
Determinations of iron content by 2,2′-bipyridyl spectrophotometric method

Дата введения 2002—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения массовой доли железа с использованием 2,2′-бипиридила в технической соляной кислоте.

Диапазон измерений массовой доли железа — от $2 \cdot 10^{-4}$ *% до* $4 \cdot 10^{-2}$ *%.*

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Сущность метода

Фотоколориметрический метод анализа, основанный на образовании окрашенного соединения железа (II) с 2,2′-бипиридилом в среде при pH 4,5.

Условия фотометрирования растворов:

длина волны — (520 ± 20) нм;

толщина поглощающего свет слоя — 10 мм;

раствор сравнения — контрольный раствор.

Железо (III) восстанавливают солянокислым гидроксиламином после упаривания анализируемой пробы в присутствии серной кислоты и растворения сухого остатка в растворе соляной кислоты.

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

4 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные общего назначения 2-го и 4-го классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 500 г соответственно.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный типа КФК, спектрофотометр *или любой другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.*

Колбы мерные 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-2-5; 1-2-2-2; 1-2-2-1 или 1-2-1-5; 1-2-1-2; 1-2-1-1 по ГОСТ 29227.

Пипетки *1-2-100, 1-2-50 по ГОСТ 29169.*

Стакан СВ 14/8 по ГОСТ 25336.

Колба *Кн-2-100, Кн-2-250 с пришлифованной пробкой по ГОСТ 25336.*

Бюретки 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Гидроксиламина гидрохлорид концентрации 100 г/дм^3 *по ГОСТ 5456.* Готовят: 10,00 г гидроксиламина гидрохлорида переносят в мерную колбу 2-100-2, доводят водой до метки и перемешивают.

Аммоний уксуснокислый *по ГОСТ 3117,* раствор массовой концентрации 300 г/дм^3. Готовят: 30,00 г уксуснокислого аммония переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки *и перемешивают.*

Квасцы железоаммонийные по действующим нормативным документам.

2,2′-бипиридил, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 в соляной кислоте. *Готовят: 1,00 г 2,2′-бипиридила переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в растворе соляной кислоты, доводят раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.*

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Кислота соляная *по ГОСТ 3118,* раствор молярной концентрации *с* (HCl) = 1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5 Подготовка к анализу

5.1 Приготовление растворов железа

Раствор железа (III) массовой концентрации 1,00 г/дм^3 *готовят по ГОСТ 4212 (раствор А).*

Растворы с массовыми концентрациями железа 0,20 и 0,010 г/дм^3 готовят путем последовательного разбавления раствора А следующим образом: 100 см^3 раствора А с помощью пипетки помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 5 см^3 раствора серной кислоты, доводят объем в колбе водой до метки и перемешивают.

1 дм^3 полученного раствора содержит 0,200 г железа (раствор В). Этот раствор готовят непосредственно перед использованием. 50,0 см^3 раствора В помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают. 1 см^3 полученного раствора содержит 10 мкг железа (раствор С). Раствор С готовят непосредственно перед использованием.

5.2 Приготовление градуировочных растворов и построение градуировочного графика

В одиннадцать мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая при помощи бюретки помещают раствор железа (раствор С) в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Объем стандартного раствора С, см^3	Содержание железа, мкг	Объем стандартного раствора С, см^3	Содержание железа, мкг
0*	0	30,0	300
5,0	50	35,0	350
10,0	100	40,0	400
15,0	150	45,0	450
20,0	200	50,0	500
25,0	250		
* Компенсационный раствор.			

В каждую колбу добавляют по 20—30 см^3 воды, 2,0 см^3 раствора соляной кислоты, 2 см^3 гидроксиламина гидрохлорида, выдерживают 5 мин, вносят 5,0 см^3 раствора уксуснокислого аммония и 1 см^3 раствора 2,2′-бипиридила.

Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и оставляют на 10 мин.

Оптическую плотность полученных растворов измеряют *на фотоэлектроколориметре КФК при длине волны (520 ± 20) нм и толщине поглощающего свет слоя 10 мм. Измерение проводят однократно.*

Раствор сравнения — контрольный раствор.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения введенной в градуировочный раствор массы железа (мкг), а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

График проверяют не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов или прибора (по всем точкам).

6 Проведение анализа

В колбе с притертой пробкой вместимостью 100 см^3 взвешивают около 50,00 г анализируемой пробы соляной кислоты. Навеску кислоты количественно переносят в стакан (*или выпарную чашку*), ополаскивая колбу несколько раз водой и добавляют 2—3 капли серной кислоты.

Стакан устанавливают на кипящую водяную баню и упаривают раствор кислоты досуха. Остаток в стакане охлаждают, добавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты, 25 см^3 дистиллированной воды, слегка подогревают для облегчения растворения и полученный раствор количественно, смывая водой, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют.

Аликвотную часть полученного раствора, содержащую от 50 до 500 мкг железа, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2,0 см^3 раствора соляной кислоты и 2 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида, через 5 мин 5 см^3 раствора уксуснокислого аммония и 1 см^3 раствора 2,2′-бипиридила; доводят раствор водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят «холостую пробу» в соответствии с 5.2 (приготовление контрольного раствора).

Через 10 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора, используя в качестве раствора сравнения раствор «холостой пробы».

Затем, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в аликвотной части анализируемого раствора.

7 Обработка результатов

Массовую долю железа X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{A\,10^{-6} \cdot 100 \cdot 100}{V\,m}, \qquad (1)$$

где A — масса железа в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем анализируемого раствора, взятый для определения, см^3;

m — масса навески соляной кислоты, взятой для анализа, г.

За результат измерения принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 20 % среднего результата, $P = 0,95$.

Относительная суммарная погрешность определения составляет ± 20 % при $P = 0,95$.

УДК 661.419:620.1:006.354 МКС 71.060.30 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: химический анализ, определение содержания, железо, фотометрия, спектрофотометрия

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 10.07.2002. Подписано в печать 11.09.2002. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж экз. С 7264. Зак. 735.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru