ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЧЕВИНА (КАРБАМИД) ТЕХНИЧЕСКАЯ.

Определение содержания железа. Фотометрический метод с применением 2,2′-бипиридила

Urea for industrial use.
Determination of iron content.
Photometric method with use of 2,2′-bipyridyl

Дата введения 1994—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод с использованием 2,2′-бипиридила для определения содержания железа в мочевине (карбамиде), если его массовая доля превышает или равна 0,00005 %.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 2081—92 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4223—75 Калий сернокислый кислый. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые Технические условия

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на прокаливании вещества при температуре 800°С, плавлении осадка с добавкой безводного кислого сернокислого калия, растворении в соляной кислоте, восстановлении трехвалентного железа с помощью гидрохлорида гидроксиламина с последующим образованием комплекса двухвалентного железа с 2,2′-бипиридилом в присутствии буферного раствора (pH 4,5—6) и фотометрированием окрашенного раствора при длине волны 522 нм

4 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

5 РЕАКТИВЫ

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Калий сернокислый кислый безводный по ГОСТ 4223.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации приблизительно c (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.).

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор концентрации 100 г/дм³

Растворяют 10,00 г гидроксиламина гидрохлорида ($NH_2OH \cdot HCl$) в воде и разбавляют до 100 см³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор концентрации 300 г/дм³. Растворяют 30,00 г уксуснокислого аммония (CH_3COONH_4) в воде и разбавляют до 100 см³ водой.

2,2′-бипиридил, раствор концентрации 10 г/дм³ в соляной кислоте.

Растворяют 1,0000 г 2,2′-бипиридила в 10 см³ раствора соляной кислоты и разбавляют до 100 см³ водой.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208. Эталонный раствор с содержанием железа 2,00 г/дм³.

7,022 г соли Мора $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ помещают в стакан, добавляют 50 см³ раствора серной кислоты концентрации

100 г/дм³ и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ эталонного раствора содержит 2,00 мг железа.

Эталонный раствор с содержанием железа 0,20 г/дм³.

50,0 см³ эталонного раствора с содержанием железа 2,00 г/дм³ переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм³ и разбавляют водой до метки.

1 см³ этого эталонного раствора содержит 0,20 мг железа.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

Эталонный раствор с содержанием железа 0,010 г/дм³.

50,0 см³ эталонного раствора с содержанием железа 0,20 г/дм³ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют до метки.

1 см³ этого эталонного раствора содержит 0,010 мг железа.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

6 АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и

Плоскодонный платиновый тигель около 50 мм диаметром и 25 мм высотой.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кюветы толщиной слоя 10 мм.

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 и типа ВЛР-1000.

Набор гирь Г-2—210 и Г-3—1110 по ГОСТ 7328.

Колбы 1(2)—1000—2, 1(2)—500—2, 1(2)—100—2, 1(2)—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1, 2 и 5 см³.

Бюретка вместимостью 50 см³.

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

7.1 Взвешивают (100±0,1) г карбамида.

7.2 Контрольный опыт

Параллельно проводят контрольный опыт по той же методике и с теми же количествами реактивов, что и при определении.

7.3 Построение градуировочного графика

7.3.1. *Приготовление растворов сравнения для фотометрических измерений*

В 11 мерных колб вместимостью 100 см³ переносят соответствующие объемы эталонного раствора железа, указанные в таблице.

В каждую колбу добавляют количество воды, необходимое для того, чтобы довести объем до 50 см³, затем добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты и 2 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, перемешивая после каждого добавления. Оставляют колбы в покое в течение 5 мин, затем добавляют 5 см³ раствора уксуснокислого аммония и 1 см³ раствора 2,2′-бипиридила. Разбавляют до метки, тщательно перемешивают и оставляют в покое на 10 мин.

Таблица

Объем эталонного раствора с содержанием железа 0,010 г/дм³, см³	Масса железа, мкг
0*	0
5,0	50
10,0	100
15,0	150
20,0	200
25,0	250
30,0	300
35,0	350
40,0	400
45,0	450
50,0	500

* Компенсирующий раствор

7.3.2 Фотометрическое измерение

Проводят фотометрические измерения на спектрофотометре при длине волны 522 нм или фотоэлектроколориметре с соответствующим светофильтром, установив прибор на нулевое поглощение по компенсирующему раствору.

Строят график, откладывая по оси абсцисс содержание железа в микрограммах на 100 см³ колориметрируемого раствора, а по оси ординат — соответствующее значение поглощения.

7.4 Проведение анализа

Нагревают тигель над небольшим пламенем и помещают в него часть пробы.

После расплавления добавляют небольшими порциями оставшуюся часть пробы, ожидая после каждого добавления расплавления продукта.

После получения твердой серой массы помещают тигель, содержащий вещество, в электрическую печь при температуре 300 °С. Постепенно повышая температуру до 800 °С, продолжают нагревать до полного прокаливания осадка. Извлекают тигель из печи и охлаждают его. Добавляют в тигель (1±0,01) г кислого сернокислого калия и расплавляют над пламенем. Выдерживают плав в течение 10 мин и затем охлаждают. Растворяют плав, слег-

ка подогревая, в 2 см³ раствора соляной кислоты и 10 см³ воды. Полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, при необходимости отфильтровывая, разбавляют до метки и перемешивают.

Переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ аликвотную часть анализируемого раствора, содержащую 50—500 мкг Fe.

При необходимости разбавляют до 50 см³ и последовательно добавляют, перемешивая после каждого добавления, 2 см³ раствора соляной кислоты и 2 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина. Оставляют в покое на 5 мин, затем добавляют 5 см³ раствора уксуснокислого аммония и 1 см³ раствора 2,2′-бипиридила. Разбавляют до метки, перемешивают и оставляют в покое на 10 мин.

Проводят фотометрические измерения анализируемого раствора и раствора контрольного опыта, следуя методике анализа, приведенной в 7.3.2, предварительно отрегулировав прибор на нулевое поглощение по отношению к воде.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По градуировочному графику определяют массу железа, соответствующую результату фотометрических измерений.

Массовую долю железа в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{(m_1 - m_2) \cdot D \cdot 100}{m_0},$$

где m_1 — масса железа, найденная в аликвоте анализируемого раствора, г;

m_2 — масса железа, найденная в соответствующей аликвоте раствора контрольного опыта, г;

D — отношение объема анализируемого раствора к объему аликвоты, взятой для анализа;

m_0 — масса навески карбамида, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00003 % при содержании железа от 0,00005 до 0,00015 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % при доверительной вероятности P=0,95.

УДК 661.717.5.001.4:006.354 Л19

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

gost.e-ecolog.ru