ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ЖЕЛЕЗО (II) СЕРНО-КИСЛОЕ 7-ВОДНОЕ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4148—78

Издание официальное

БЗ 5—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.722'226—41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ЖЕЛЕЗО (II) СЕРНО-КИСЛОЕ 7-ВОДНОЕ

Технические условия

Reagents. Ferrous (II) sulphate 7-aqueous. Specifications

ГОСТ 4148—78

ОКП 26 2221 0250

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 7-водное серно-кислое железо (II), предназначенное для применения в качестве реактива и при производстве ферритов.

7-водное серно-кислое железо (II) представляет собой зеленовато-голубые кристаллы, растворимые в воде, нерастворимые в спирте.

Формула $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 278,01.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 7-водное серно-кислое железо (II) должно быть изготовлено в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 7-водное серно-кислое железо (II) должно соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1978
© Издательство стандартов, 1993
Переиздание с изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х ч) ОКП 26 2221 0253 03	Чистый для анализа (ч д а) ОКП 26 2221 0252 04	Чистый (ч) ОКП 26 2221 0251 05
1 Массовая доля 7 водного сернокислого железа (II) ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), %	99—101	99—101	98—101
2 Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0 01	0,02
3 pH 5%-ного раствора, не менее	3,3	3,3	—
4 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,002	0,005
5 Массовая доля окисного железа (Fe^{3+}), %, не более	0,03	0,1	—
6 Массовая доля фосфатов (PO_4^{3-}), %, не более	0,001	—	—
7 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	0,00005	0,00005
8 Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,001	0,005	0,01
9 Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,005	0,01	0,02
10 Массовая доля марганца (Mn), %, не более	0,03	0,05	—
11 Массовая доля суммы калия и натрия (K+Na), %, не более	0,005	0,007	0,01
12 Массовая доля суммы кальция и магния (Ca+Mg), %, не более	0,02	0,03	0,05
13 Массовая доля кремния (Si), %, не более	0,005	0,01	0,02
14 Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,007	0,01	0,02

Примечание В продукте, предназначенном для производства ферритов, массовая доля суммы (Ca+Mg) для квалификации х ч, ч д а и ч должна быть соответственно не более 0,015, 0,02 и 0,03%

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Нормы по показателям подпунктов 13, 14 таблицы определяют только в продукте, предназначенном для производства ферритов.

2.3. В документе, удостоверяющем качество продукта квалификации х. ч., предназначенном для ферритов, указывают раздельно массовую долю Ca и Mg.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73.

Масса средней пробы должна быть не менее 500 г.

3.2. Определение массовой доли 7-водного серно-кислого железа (II)

3.2.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (индикатор), раствор с массовой долей 0,5%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Калий двухромово-кислый по ГОСТ 4220—75, раствор концентрации $c(^1/_2K_2Cr_2O_7)=0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н.).

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 1 г препарата взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ воды. Затем прибавляют 5 см³ серной кислоты, 2 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают, прибавляют 2 капли раствора индикатора и титруют раствором двухромово-кислого калия до появления фиолетовой окраски.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю 7-водного серно-кислого железа (II) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{0{,}027801\cdot V\cdot 100}{m},$$

где 0,027801 — масса 7-водного серно-кислого железа (II), соответствующая 1 см³ раствора двухромово-кислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

V — объем раствора двухромово-кислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,6%.

Допускаемая суммарная погрешность результатов анализа ±0,3% при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Тигли по ГОСТ 25336—82 ТФ-40-ПОР 10 ХС и ТФ-40-ПОР 16 ХС.

3.3.2. *Проведение анализа*

25 г препарата взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$ и растворяют в смеси 200 $см^3$ воды и 2 $см^3$ серной кислоты. Стакан с раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 $см^3$ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата химически чистый — 1,2 мг,

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 5,0 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Определение pH раствора с массовой долей 5%

3.4.1. *Реактивы и приборы*

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87.

pH-метр — милливольтметр типа pH-340 или pH-метр другого типа, с той же погрешностью.

3.4.2. *Проведение анализа*

5 г препарата взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 95 $см^3$ воды. Проводят измерение pH раствора в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если значение pH раствора будет не менее 3.3.

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2 г препарата взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с меткой на 40 $см^3$), раство-

ряют в 20 см³ воды, прибавляют 8 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и нагревают до начала выделения окислов азота. После окончания реакции раствор нагревают до кипения, кипятят в течение 2 мин, охлаждают (если раствор мутный, его фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%) и доводят объем раствора водой до метки. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: 2 г 7-водного серно-кислого железа (II), не содержащего хлоридов, и

для препарата химически чистый — 0,01 мг Cl,

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг Cl,

для препарата чистый — 0,10 мг Cl.

Раствор серно-кислого железа, не содержащий хлоридов, готовят аналогично подготовке пробы из навески 8 г (количество реактивов при этом увеличивают в четыре раза). После 24 ч выстаивания раствор фильтруют через плотный беззольный фильтр, предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

3.4—3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.6. Определение массовой доли окисного железа

3.6.1. *Реактивы и растворы*

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор с массовой долей 30%.

Вода дистиллированная, не содержащая кислорода, готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 20%.

Раствор, содержащий Fe^{3+}, готовят по ГОСТ 4212—76.

3.6.2. *Проведение анализа*

1 г препарата взвешивают в закрытой бюксе (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в колбу с притертой пробкой с меткой на 100 см³, наполненную углекислотой и содержащую 30 см³ воды и 10 см³ раствора серной кислоты. Содержимое колбы перемешивают до растворения препарата, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

5 см³ полученного раствора (соответствуют 0,05 г препарата) быстро помещают в коническую колбу с притертой пробкой, наполненную углекислотой, прибавляют 20 см³ воды, 4 см³ раствора роданистого аммония, закрывают колбу пробкой и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в том же объеме:

для препарата химически чистый — 0,015 мг Fe,

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг Fe,

0,5 $см^3$ раствора серной кислоты и 4 $см^3$ раствора роданистого аммония.

Сравнение окрасок анализируемого раствора и растворов сравнения определяют сразу же после приготовления.

3.6.1, 3.6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.7. Определение массовой доли фосфатов

3.7.1. *Реактивы и растворы*

Аммоний молибденово-кислый по ГОСТ 3765—78, раствор с массовой долей 5% в растворе серной кислоты концентрации $c(^1/_2H_2SO_4) = 1$ моль/$дм^3$, хранят в полиэтиленовой посуде.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 10%-ный и 1 н. растворы.

Раствор, содержащий PO_4^{3-}, готовят по ГОСТ 4212—76.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006—78, ч. д. а.

3.7.2. *Проведение анализа*

1,5 г препарата взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ воды, 6 $см^3$ 10%-ного раствора серной кислоты, содержимое колбы перемешивают до растворения продукта. К раствору по каплям прибавляют при перемешивании 1 $см^3$ раствора молибденово-кислого аммония, раствор переносят в пробирку для колориметрирования вместимостью 50 $см^3$, которую помещают в стакан с горячей водой (60 °С) и выдерживают в течение 10 мин. Содержимое пробирки охлаждают, прибавляют 10 $см^3$ бутанола-1 и встряхивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если синяя окраска спиртового слоя анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски спиртового слоя раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме 0,5 г анализируемого продукта, 0,01 мг PO^{3-}, 6 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 10%, 1 $см^3$ раствора молибденово-кислого аммония и 10 $см^3$ бутанола-1.

3.8. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 5 г препарата взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в 30 $см^3$ воды в колбе прибора для определения мышьяка. Далее определение проводят арсиновым методом (способ 1).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумажки от анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски бромнортутной бумажки от раствора сравнения, содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,001 мг As,

для препарата чистый для анализа — 0,0025 мг As,

для препарата чистый — 0,0025 мг As,

30 $см^3$ раствора двухлористого олова с массовой долей 0,4%, 5 $см^3$ раствора йодистого калия и 5 г цинка.

3.7.1—3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.9. Определение массовой доли натрия, калия, кальция и марганца

3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Спектрофотометр для пламени с рабочим диапазоном спектра 360—1000 нм или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 или монохроматоров ЗМР-3, УМ-2 с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1.

Фотоумножители: ФЭУ-17А для определения натрия, марганца и кальция, ФЭУ-22А — для определения калия. Допускается пользоваться одним фотоумножителем ФЭУ-38.

Горелки стеклянные для пламени воздух — ацетилен с диаметром сопла 3—4 мм, для пламени пропан—бутан—воздух—воздух — 9—10 мм или горелка металлическая типа применяемой в пламенном фотометре марки «Карл Цейсс Иена», модель III.

Распылитель угловой, диаметр трубки, подающей раствор — 0,3 мм, подающей воздух — 0,7 мм.

Манометр на 101,325—202,350 кПа для контроля сжатого воздуха.

Манометр водяной для контроля давления ацетилена (пропан-бутана).

Компрессор воздушный, обеспечивающий стабильное давление до 202,350 кПа, типа ЗМА.

Воздух сжатый для приборов.

Ацетилен газообразный в баллоне по ГОСТ 5457—75.

Пропан-бутан газообразный в баллоне.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Железо карбонильное марки ос. ч.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78, разбавленная 1 : 1.

Растворы с концентрацией 1 мг/$см^3$ натрия, калия, кальция и марганца готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят растворы с концентрацией 0,1 мг/$см^3$ натрия, калия, кальция и марганца.

3.9.2. *Подготовка к анализу*

3.9.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

2 г препарата взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), растворяют в во-

де, подкисленной 1 см³ серной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления растворов сравнения взвешивают пять навесок карбонильного железа по 0,4 г каждая (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака). Навески растворяют в 5 см³ раствора серной кислоты при нагревании. После полного растворения и охлаждения полученные растворы количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая, прибавляют указанные в табл. 2 объемы растворов натрия, калия, кальция и марганца, доводят объемы растворов водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9.2.1, 3.9.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.9.2.3. *Условия фотометрирования*

Для определения натрия и калия используют пламя пропан—бутан—воздух или воздух—ацетилен. Для определения кальция и марганца используют пламя воздух—ацетилен.

Аналитическая линия натрия, нм	589,0
Аналитическая линия калия, нм	766,5—769,9
Аналитическая линия кальция, нм	422,7
Аналитическая линия марганца, нм	403,1
Ширина входной щели для натрия, калия, кальция и марганца, соответственно, мм	0,010; 0,035; 0,035; 0,04
Ширина выходной щели для натрия, калия, кальция и марганца, соответственно, мм	0,015; 0,04; 0,04; 0,045.

Таблица 2

Номера растворов сравнения	Массовая доля натрия, калия в растворе сравнения, %	Объем раствора с концентрацией по 0,1 мг/см³ натрия, калия, см³	Массовая доля кальция в растворе сравнения, %	Объем раствора с концентрацией 0,1 мг/см³ кальция, см³	Массовая доля марганца в растворе сравнения, %	Объем раствора с концентрацией 0,1 мг/см³ марганца, см³
1	0	0	0	0	0	0
2	0,002	0,4	0,01	2	0,025	5
3	0,006	1,2	0,02	4	0,035	7
4	0,010	2,0	0,03	6	0,050	10
5	0,030	6,0	0,05	10	0,070	14

3.9.3. *Проведение анализа*

Измерение производят по методу ограничивающих растворов сравнения или по методу градуировочного графика. При измерениях по методу ограничивающих растворов сравнения получают отсчеты для анализируемого раствора и двух растворов сравнения, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для анализируемого раствора. Для опре-

деления массовой доли натрия (калия, кальция и марганца) измеряют линейкой высоту пиков регистрограмм интенсивности аналитических линий определяемых элементов для растворов сравнения и анализируемого раствора.

3.9.4. *Обработка результатов*

Из полученных замеров находят среднюю высоту пика для каждого элемента и концентрации.

Массовую долю натрия (калия, кальция, марганца) (X_{i_1}) вычисляют по формуле

$$X_{i_1} = X_1 + \frac{(X_2 - X_1) \cdot (h_i - h_1)}{h_2 - h_1},$$

где X_1 — массовая доля натрия (калия, кальция, марганца) в растворе сравнения с меньшей концентрацией, %;

X_2 — массовая доля натрия (калия, кальция, марганца) в растворе с большей концентрацией, %;

h_i — средняя высота пика регистрограмм интенсивности, соответствующая раствору пробы, мм;

h_1 — средняя высота пика регистрограмм интенсивности, соответствующая раствору сравнения с меньшей концентрацией, мм;

h_2 — средняя высота пика регистрограмм интенсивности, соответствующая раствору сравнения с большей концентрацией, мм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать для натрия — 5, калия — 10, кальция — 7, марганца — 10% относительно среднего результата вычисляемой величины.

3.10. Определение массовой доли кремния, магния, меди, никеля, цинка

3.10.1. *Аппаратура, материалы, реактивы и растворы*

Спектрограф ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели или любой другой спектрограф средней дисперсии (ИСП-22, ИСП-28).

Генератор дуговой ДГ-2 или ДГ-1.

Выпрямитель ВАС 275/100.

Микрофотометр МФ-2.

Спектропроектор ПС-18 или СПП-2.

Весы аналитические II класса точности.

Весы торзионные ВТ-500.

Шкаф сушильный (1000 Вт, 250 °С).

Печь муфельная типа МП-2.

Станок для заточки угольных электродов с набором фрез.

Ослабитель трехступенчатый УФ-282.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147—80.

Посуда из оргстекла: ступки, шпатели, пестики.

Эксикаторы и емкости из полиэтилена для хранения проб.

Фотопластинки, типа 1, чувствительностью 4—6 единиц и диапозитивные — чувствительностью 2,8 единиц.

Угли графитированные марки ос. ч. 7—3, диаметром 6 мм.

Порошок угольный марки ос. ч. 7—4.

Электроды: верхний — стержень с конусообразной заточкой на конце, нижний — стержень с цилиндрическим каналом, диаметром 4,5 мм, глубиной 6 мм.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75, х. ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664—83.

Проявитель метол-гидрохиноновый, готовят (из двух растворов) следующим образом: 2,0 г метола растворяют в воде. После полного растворения в раствор добавляют 10 г гидрохинона. Отдельно растворяют 104 г серно-кислого натрия. Растворы сливают, доводят объем до 1 $дм^3$ — раствор А. 40 г углекислого кристаллического натрия или 16 г безводного углекислого натрия растворяют в воде, добавляют 2 г бромистого калия и доводят объем раствора до 1 $дм^3$ — раствор Б. Растворы А и Б должны быть прозрачными. Если растворы мутные, их фильтруют.

Натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86.

Натрий сернисто-кислый 7-водный.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Растворы с концентрацией по 1 $мг/см^3$ кремния, магния, никеля, цинка, меди готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор с концентрацией 0,2 $мг/см^3$ меди.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

Фиксаж быстродействующий, готовят следующим образом: 250 г серноватисто-кислого натрия растворяют в воде, добавляют 50 г хлористого аммония и доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$. Раствор должен быть прозрачным.

Железа окись для образцов сравнения получают из 7-водного серно-кислого железа (II) с наименьшим содержанием примесей. При работе с образцами сравнения, приготовленными на его основе, в результат определения примесей вносят соответствующую поправку. Массовую долю лимитируемых примесей в окиси железа определяют методом добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3 10.2. *Подготовка к анализу*

3.10.2.1. *Приготовление образцов сравнения*

Для каждого образца сравнения взвешивают по 10 г окиси железа (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака) и добавляют количества меди, магния, никеля, цинка, кремния, указанные в табл 3.

Таблица 3

Номера образцов сравнения	Объем раствора с концентрацией по 1 мг/см³ Mg, Ni, Zn, Si и 0,2 мг/см³ Cu, см³					Масса примеси в образцах сравнения, мг					Массовая доля примеси в образце сравнения в пересчете на препарат, %				
	Cu	Mg	Ni	Zn	Si	Cu	Mg	Ni	Zn	Si	Cu	Mg	Ni	Zn	Si
1	1	2	1	1	1	0,2	2	1	1	1	0,002	0,02	0,01	0,01	0,01
2	5	5	5	5	5	1	5	5	5	5	0,01	0,05	0,05	0,05	0,05
3	15	10	10	10	10	3	10	10	10	10	0 03	0,1	0,1	0,1	0,1

Образцы сравнения высушивают под инфракрасной лампой, добавляют 10 см³ спирта, тщательно растирают в ступке из органического стекла предварительно протертой спиртом. Затем снова высушивают и растирают не менее 2 ч. Готовые образцы сравнения смешивают с угольным порошком 1 : 1.

3 10 2 2. *Подготовка анализируемой пробы*

Анализируемую пробу готовят следующим образом: 5—10 г препарата взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи 2 ч при 900 °С. Прокаленный продукт смешивают с угольным порошком 1 : 1

3.10.2.1, 3.10.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.10.2 3. *Условия анализа*

Сила тока, А	12
Ширина щели спектрографа, мм	0,015
Расстояние между вертикально поставленными электродами, мм	2,5
Экспозиция, с	30

Перед щелью помещают трехступенчатый ослабитель

Перед снятием спектрограмм угольные электроды закрепляют в штативе и проводят предварительный обжиг их при силе тока 12—14 А в течение 30 с.

3 10.3. *Проведение анализа*

После обжига электродов и их охлаждения в кратер нижнего электрода (анода) помещают смесь анализируемого продукта или образца сравнения с угольным порошком.

По одной фотопластинке фотографируют по три спектра проб и образцов сравнения.

Если при спектрографировании смеси выбрасывает из кратера электрода, то необходимо перед съемкой их подсушить в сушильном шкафу при 205 °С в течение 2 ч.

Фотопластинки со спектрограммами проявляют, фиксируют, высушивают.

Аналитические линии

определяемого элемента, нм	сравнения (Fe), нм
Mg 280,27	280,45
Si 288,15	288,37
Ni 305,08	304,84
Cu 327,39	329,81 или 327,1
Zn 334,55	329,81 или 335,5

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.10.4. *Обработка результатов*

На микрофотометре измеряют почернение аналитических линий и линий сравнения. Градуировочные графики строят в координатах ΔS—lg C, где $\Delta S = S_{пр} - S_{Fe}$ — разность почернений аналитической линии и линии сравнения (железа).

По значениям ΔS образцов сравнения строят график для каждого определяемого элемента, откладывая на оси абсцисс — логарифмы концентраций с указанием соответствующих им массовых долей элемента, а на оси ординат — разность почернений.

Массовую долю каждой примеси (X_i) в 7-водном серно-кислом железе (II) вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{X_{пр}}{3,5},$$

где $X_{пр}$ — массовая доля примеси в окиси железа, найденная по графику, %;

3,5 — коэффициент пересчета с Fe_2O_3 на $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать: для кремния — 20; меди — 20; цинка — 30; никеля — 16; магния — 45% относительно среднего результата вычисляемой величины.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. 7-водное серно-кислое железо (II) упаковывают в полиэтиленовые мешки (ГОСТ 17811—78), которые завязывают ниткой двойным узлом или запаивают и помещают в фанерные барабаны (ГОСТ 9338—80) или в картонные навивные барабаны

(ГОСТ 17065—77), или бумажные пяти-шести-слойные мешки (ГОСТ 2226—88). Фанерные барабаны должны быть выложены внутри упаковочной водонепроницаемой двухслойной бумагой (ГОСТ 8828—89).

Масса одного упаковочного места — не более 45 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Маркировка транспортной тары — по ГОСТ 3885—73.

При заказе и на этикетках в наименовании продукта, применяемого для производства ферритов, писать: Железо серно-кислое 7-водное (II) квалификации х. ч., ч. д. а., ч. для ферритов.

4.3. 7-водное серно-кислое железо (II) транспортируют любым видом транспорта в соответствии с правилами перевозок, действующими на данном виде транспорта.

4.4. 7-водное серно-кислое железо (II) хранят в упакованном виде, в крытых складских помещениях в условиях, обеспечивающих сохранность продукта.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

5.2. Гарантийный срок хранения продукта — шесть месяцев со дня изготовления.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 7-водное серно-кислое железо (II) обладает общим токсическим действием, раздражает кожный покров и слизистую оболочку. Предельно допустимая концентрация (ПДК) 7-водного серно-кислого железа (II) в воздухе рабочей зоны — 1 мг/м^3.

6.2. При работе с 7-водным серно-кислым железом (II) необходимо пользоваться индивидуальными защитными средствами (противопылевыми респираторами, резиновыми перчатками, защитными очками).

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытием с местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. В. Климов, И. Е. Яцык, Р. Т. Краснова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.78 № 1704

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4148—66**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта подпункта
ГОСТ 83—79	3 7 1
ГОСТ 84—76	3 10 1
ГОСТ 2226—88	4 1
ГОСТ 3118—77	3 10 1
ГОСТ 3765—78	3 7 1
ГОСТ 3770—75	3 10 1
ГОСТ 3773—72	3 10 1
ГОСТ 3885—73	2 1, 3 1, 4 2
ГОСТ 4160—74	3 10 1
ГОСТ 4204—77	3 2 1, 3 3 1, 3 6 1, 3 7 1
ГОСТ 4212—76	3 6 1, 3 7 1, 3 9 1, 3 10 1
ГОСТ 4220—75	3 2 1
ГОСТ 4517—87	3 4 1, 3 6 1
ГОСТ 5457—75	3 9 1
ГОСТ 6006—78	3 7 1
ГОСТ 6552—80	3 2 1
ГОСТ 6709—72	3 2 1, 3 3 1, 3 7 1, 3 9 1, 3 10 1
ГОСТ 8828—89	4 1
ГОСТ 9147—80	3 10 1
ГОСТ 9338—80	4 1
ГОСТ 10485—75	3 8, 3 10 1
ГОСТ 10671 7—74	3 5
ГОСТ 14262—78	3 9 1
ГОСТ 17065—77	4 1
ГОСТ 17811—78	4 1
ГОСТ 18300—87	3 10 1
ГОСТ 19627—74	3 10 1
ГОСТ 25336—82	3 3 1
ГОСТ 25664—83	3 10 1
ГОСТ 27025—86	3 1а
ГОСТ 27067—86	3 6 1
ГОСТ 27068—86	3 10 1

5. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 3—93 от 18.02.93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1984 г., декабре 1988 г. (ИУС 6—84, 3—89)

Редактор *С В Жидкова*
Технический редактор *О Н Никитина*
Корректор *А С Черноусова*

Сдано в наб 24 03 93 Подп в печ 02 06 93 Усл п л 1 0 Усл кр-отт 1 0.
Уч изд л 1 05 Тир 1231 экз С 244

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 107076, Москва Колодезный пер, 14
Тип «Московский печатник» Москва Лялин пер 6 Зак 182

gost.e-ecolog.ru