

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 Гидроксилиамин гидрохлорид. Технические условия

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

### 3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на прокалывании вещества при температуре 800°C, 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'-бипиридилем в присутствии буферного раствора (рН 4,5—6) и фотометрированием окрашенного раствора при длине волн 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  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ моль/дм}^3$  (1 н.).

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Растворяют 10,00 г гидроксиламина гидрохлорида ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ) в воде и разбавляют до 100 см<sup>3</sup>.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор концентрации 300 г/дм<sup>3</sup>. Растворяют 30,00 г уксуснокислого аммония ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) в воде и разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой.

2,2'-бипиридиум, раствор концентрации 10 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте.

Растворяют 1,0000 г 2,2'-бипиридила в 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой.

Соль залиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208. Эталонный раствор с содержанием железа 2,00 г/дм<sup>3</sup>.

7,022 г соли Мора  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  помещают в стакан, добавляют 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрации

100 г/дм<sup>3</sup> и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> эталонного раствора содержит 2,00 мг железа.

Эталонный раствор с содержанием железа 0,20 г/дм<sup>3</sup>.

50,0 см<sup>3</sup> эталонного раствора с содержанием железа 2,00 г/дм<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм<sup>3</sup> и разбавляют водой до метки.

1 см<sup>3</sup> этого эталонного раствора содержит 0,20 мг железа.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

Эталонный раствор с содержанием железа 0,010 г/дм<sup>3</sup>.

50,0 см<sup>3</sup> эталонного раствора с содержанием железа 0,20 г/дм<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и разбавляют до метки.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

Бюrette вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

## 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 реагентов, что и при определении.

7.3 Построение градуировочного графика

7.3.1. Приготовление растворов сравнения для фотометрических измерений

В 11 мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> переносят соответствующие объемы эталонного раствора железа, указанные в таблице.

В каждую колбу добавляют количество воды, необходимое для того, чтобы довести объем до 50 см<sup>3</sup>, затем добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 2 см<sup>3</sup> раствора гидрохлорида гидроксиламина, перемешивая после каждого добавления. Оставляют колбы в покое в течение 5 мин, затем добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора уксусно-кислого аммония и 1 см<sup>3</sup> 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/дм <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>	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 см<sup>3</sup> 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 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 10 см<sup>3</sup> воды. Полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, при необходимости отфильтровывая, разбавляют до метки и перемешивают.

Переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> аликвотную часть анализируемого раствора, содержащую 50—500 мкг Fe.

При необходимости разбавляют до 50 см<sup>3</sup> и последовательно добавляют, перемешивая после каждого добавления, 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 2 см<sup>3</sup> раствора гидрохлорида гидроксиламина. Оставляют в покое на 5 мин, затем добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония и 1 см<sup>3</sup> раствора 2,2'-бипиридила. Разбавляют до метки, перемешивают и оставляют в покое на 10 мин.

Проводят фотометрические измерения анализируемого раствора и раствора контрольного опыта, следя 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

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

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  $\pm 30\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ .