

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ****Фотоколориметрический метод определения
массовой концентрации железа****ГОСТ
28326.5—89**

Technical liquid ammonia.

Determination of iron mass concentration by method of photocolorimetry

МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109Дата введения **01.07.90**

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения массовых концентраций железа от 0,25 до 5 мг/дм³.

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенных в желтый цвет растворов, содержащих комплексные соединения, которые образуются при взаимодействии ионов двух-, трех-валентного железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.
Объем пробы составляет 200 см³.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2МП или другого типа по НТД (светофильтр с областью пропускания (400 ± 5) нм и кюветы с расстоянием между рабочими гранями 30 мм) и абсолютной погрешностью измерения коэффициента пропускания не более $\pm 1,5$ %.

Пробоотборник по ГОСТ 6221.

Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 5—2—1, 5—2—2, 7—2—5, 7—2—10, 2—2—50 по НТД.

Бюретка 6—2—5 по НТД.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$ г.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328**.

Секундомер СОПр-36-1—000 или другого типа.

Фильтр ФКП-32-ПОР 100ТХС или воронка ВФ-32-ПОР 100ТХС по ГОСТ 25336.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч., раствор с массовой долей 25 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор с массовой долей 20 %.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, ч.д.а., водный раствор с массовой долей 10 %.

Квасцы железосаммонийные.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., раствор с массовой долей 16 % и раствор молярной концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,01$ моль/дм³.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 7328—2001.



3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основных растворов

Основной раствор А железомонийных квасцов массовой концентрации железа 1 мг/см³ готовят по ГОСТ 4212.

Основной раствор Б массовой концентрации железа 0,05 мг/см³ готовят соответствующим разбавлением раствора А, используя раствор серной кислоты молярной концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,01$ моль/дм³.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят с помощью бюретки (пипетки) 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ основного раствора Б, что соответствует 0,0125; 0,025; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 мг железа, прибавляют во все колбы по 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют по 5 см³ раствора аммиака, доводят объемы растворов дистиллированной водой до метки.

Одновременно аналогично готовят раствор сравнения, не содержащий основной раствор Б. Растворы тщательно перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов по отношению к раствору сравнения на фотоколориметре в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм, пользуясь светофильтром с областью пропускания (400 ± 5) нм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массы железа в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптических плотностей.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

После определения массовой концентрации масла по ГОСТ 28326.3 пробоотборник высушивают от оставшегося растворителя и обрабатывают 10 см³ раствора соляной кислоты. Соляную кислоту из пробоотборника фильтруют через стеклянный фильтр (фильтрующую воронку), используемый при измерении массовой концентрации масла.

Фильтрат отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Пробоотборник и фильтр 5—6 раз промывают дистиллированной водой, собирая промывные воды в мерную колбу с фильтром. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. 50 см³ полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют к нему 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют раствор аммиака до появления желтой окраски и 2 см³ избытка аммиака, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

При ожидаемых массовых концентрациях железа в аммиаке менее 1 мг/дм³ фильтрат отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Пробоотборник и стеклянный фильтр (фильтрующую воронку) промывают 5—6 раз дистиллированной водой, собирая промывные воды в эту же мерную колбу, и, не доводя до метки, прибавляют 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты. Перемешивают, добавляют раствор аммиака до появления желтой окраски и 2 см³ избытка аммиака, доводят объем дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Одновременно таким же образом, но без анализируемой пробы готовят раствор сравнения. Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре в соответствии с п. 3.2.

По измеренному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу железа в колориметрируемом растворе.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую концентрацию железа (X) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot K}{V \cdot 50},$$

где m — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем пробы жидкого аммиака, дм³;

100 — вместимость мерной колбы, см³;

K — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

50 — объем испытуемого раствора, см³.

При объеме испарившегося аммиака $V = 0,2 \text{ м}^3$ формула примет вид

$$X = 10 \cdot m \cdot K.$$

При ожидаемой массовой концентрации железа менее 1 мг/дм^3 ее вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot K}{V}.$$

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное $0,15 \text{ мг/дм}^3$, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 15 \%$ и $\pm 8 \%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовых концентраций железа 1 и 2 мг/дм^3 соответственно).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.11.89 № 3318
3. ВЗАМЕН ГОСТ 6221—82 в части п. 4.7
4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6383—88
5. 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	2	ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 7328—82	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 4212—76	3.1	ГОСТ 28326.1—89	5
ГОСТ 4478—78	2	ГОСТ 28326.3—89	4
ГОСТ 6221—90	1, 2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ