

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

**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 2109

**Дата введения 01.07.90**

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения массовых концентраций железа от 0,25 до 5 мг/дм<sup>3</sup>.

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

**1. ОТБОР ПРОБ**

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.

Объем пробы составляет 200 см<sup>3</sup>.

**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 ± 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 · 10<sup>-4</sup> г.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328\*\*.

Секундомер СОПпр-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 железоаммонийные.

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/дм<sup>3</sup>.

\* 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 железоаммонийных квасцов массовой концентрации железа 1 мг/см<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 4212.

Основной раствор Б массовой концентрации железа 0,05 мг/см<sup>3</sup> готовят соответствующим разбавлением раствора А, используя раствор серной кислоты молярной концентрации  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ .

#### 3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят с помощью бюретки (пипетки) 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют по 5 см<sup>3</sup> 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 кюветах с толщиной поглощающего света 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют к нему 5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют раствор аммиака до появления желтой окраски и 2 см<sup>3</sup> избытка аммиака, доводят объем дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

При ожидаемых массовых концентрациях железа в аммиаке менее 1 мг/дм<sup>3</sup> фильтрат отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты. Перемешивают, добавляют раствор аммиака до появления желтой окраски и 2 см<sup>3</sup> 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, дм<sup>3</sup>;

100 — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

50 — объем испытуемого раствора, см<sup>3</sup>.

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  $1 \text{ мг/дм}^3$  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  $2 \text{ мг/дм}^3$  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**