

ГОСТ 20996.6—82

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

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения железа

Selenium.
Method of iron determinationГОСТ
20996.6—82*Взамен
ГОСТ 10431—63,
разд. III

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения железа (при массовой доле железа 0,003—0,6 %).

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения ионов железа с сульфосалициловой кислотой и измерении его оптической плотности при длине волны 400—450 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:4.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор 100 г/дм³.

Железо по ГОСТ 9849—86.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: навеску железа массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 30—35 см³ смеси соляной и азотной кислот (3:1), нагревают и выпаривают раствор до сухих солей. Приливают 100—120 см³ соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: отбирают аликвотную часть 10 см³ раствора А и переносят ее в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг железа.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г.
(ИУС 3—88)

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску селена массой 1 или 2 г (в зависимости от массовой доли железа) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 15—20 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток выдерживают 8—10 мин на плите. Операцию повторяют дважды, прибавляя каждый раз по 5—7 см³ азотной кислоты и каждый раз выпаривая досуха.

Затем к сухому остатку приливают 3—4 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения остатка. Добавляют 40—50 см³ воды, кипятят и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором соляной кислоты (1:4) до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 2—25 см³ (в зависимости от массовой доли железа) и переносят ее в мерную колбу вместимостью 50 см³. Доливают водой до 30 см³, приливают 5—6 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют аммиаком до появления красно-желтого окрашивания. Прибавляют 2—2,5 см³ раствора аммиака, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 430 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу железа устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью по 50 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1; 0,15; 0,2 мг железа, добавляют воды до 30 см³, 5—6 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

где m_1 — количество железа, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля железа, %	Абсолютное допустимое расхождение результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
От 0,003 до 0,006 включ.	0,001	0,002
Св. 0,006 » 0,015 »	0,002	0,003
» 0,015 » 0,030 »	0,003	0,005
» 0,03 » 0,10 »	0,01	0,02
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,04
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 19.07.2000. Усл. печ. л. 0,47.
Уч.-изд. л. 0,27. Тираж 104 экз. С 5572. Зак. 649.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102