

**СВИНЕЦ**

Метод определения железа

Lead

Method for the determination of iron

**ГОСТ****20580.8—80****[СТ СЭВ 913—78]**

Взамен

ГОСТ 20580.8—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен

с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396 срок действия продлен

до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа от 0,0005 до 0,015% в свинце (99,992—99,5%).

Метод основан на образовании комплексного соединения *o*-фенантролина с ионами двухвалентного железа при pH 2—9 и фотометрировании полученного оранжево-красного раствора при длине волны 508 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 913—78.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20580.0—80.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 2 и 1 : 9.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 10%-ный раствор, свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 25%-ный раствор, *o*-фенантролин гидрохлорид одноводный, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Декабрь 1984 г.

Железо порошкообразное, восстановленное водородом, или окись железа (III) по ГОСТ 4173—77.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,1000 г железа или 0,1430 г окиси железа (III) растворяют в 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1 : 1), прибавляют 25 см<sup>3</sup> воды и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг железа.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Стружку свинца обрабатывают магнитом для удаления частиц железа, попавших при измельчении металла.

В зависимости от ожидаемой массовой доли железа берут навески, масса которых указана в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля железа, % | Масса навески, г |
|-------------------------|------------------|
| От 0,0005 до 0,001      | 2,0              |
| Св. 0,001 » 0,005       | 1,0              |
| » 0,005 » 0,008         | 0,5              |
| » 0,008 » 0,015         | 0,25             |

Навеску свинца растворяют в 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 2), выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1 : 9). Прибавляют около 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия для получения pH 3,5. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Затем добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксиламина, 2 см<sup>3</sup> раствора о-фенантролина и доливают водой до метки. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора при длине волны 508 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Количество железа в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 25 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. Шестая колба служит для проведения контрольного опыта. Во все шесть мерных колб прилива-

ют по 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:9) и далее поступают, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массовым долям железа строят градуировочный график.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса железа, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески свинца, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля железа, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|-------------------------|---------------------------------------|
| От 0,0005 до 0,001      | 0,0003                                |
| Св. 0,001 > 0,003       | 0,0005                                |
| > 0,003 > 0,005         | 0,0007                                |
| > 0,005 > 0,01          | 0,001                                 |
| > 0,01 > 0,015          | 0,0015                                |

**Изменение № 1 ГОСТ 20580.8—80 Свинец. Метод определения железа**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.07.90 № 2203

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1 после слова «анализа» дополнить словами: «и требования безопасности».

Раздел 2. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>»; «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>»; «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849—86 или оксид железа (III) по ТУ 6—09—5346—87»;

восьмой абзац. Заменить значения и слова: 0,1000 г на 0,100 г; 0,1430 г на 0,143 г; «окиси железа (III)» на «оксида железа (III)».

Пункт 3.1. Таблица 1. Графа «Масса навески, г». Заменить значения: 2,0 на 2,000; 1,0 на 1,000; 0,5 на 0,500; 0,25 на 0,250.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля железа, %    | Допускаемые расхождения параллельных определений, % | Допускаемые расхождения результатов анализа, % |
|----------------------------|---|--|
| От 0,0005 до 0,0010 включ. | 0,0003  | 0,0004   |
| Св. 0,0010 » 0,0030 »      | 0,0005  | 0,0006   |
| » 0,0030 » 0,0050 »        | 0,0006  | 0,0008   |
| » 0,0050 » 0,0100 »        | 0,0010  | 0,0013   |
| » 0,010 » 0,015 »          | 0,001   | 0,002  |

(ИУС № 11 1990 г.)