

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

## ЦИНК

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 19251.1—79  
(ИСО 714—75, ИСО 1055—75)

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****ЦИНК****Метод определения железа**Zinc.  
Method of iron determination**ГОСТ  
19251.1—79**

(ИСО 714—75, ИСО 1055—75)

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле железа от 0,001 до 0,2 %) метод определения железа.

Стандарт полностью соответствует стандартам ИСО 714—75 и ИСО 1055—75.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 19251.0.  
(Измененная редакция, Изм. № 1).

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на свойстве ионов железа образовывать в аммиачной среде с сульфосалициловой кислотой комплексное соединение, желтая окраска которого фотометрируется в области длин волн 413—425 нм.

Чувствительность метода 20 мкг в объеме 100 см<sup>3</sup>.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1, 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1 и 2:100.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Лантан азотнокислый (La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O), раствор 1 мг/см<sup>3</sup>: 0,3115 г соли растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды с добавкой нескольких капель азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.

Железо (III) окись.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,1000 г железного порошка или 0,1300 г окиси железа (III) растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления оксидов азота. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:9.

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



Допускается приготовление стандартного раствора растворением навески в соляной кислоте.

Раствор Б: 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:9.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,05 мг железа.

Раствор Б готовят в день употребления.

Кадмий марки Кд00 по ГОСТ 22860.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. При массовой доле меди до 0,05 % навеску цинка массой 2,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 30 см<sup>3</sup> воды и кипятят до удаления оксидов азота.

В зависимости от массовой доли железа для анализа берут весь раствор или аликвотную часть его после разбавления водой в соответствии с табл. 1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора виннокислого калия-натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют аммиаком до получения желтой окраски, доливают до метки аммиаком, разбавленным 1:1, и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Объем раствора пробы, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
От 0,001 до 0,01	—	Весь
Св. 0,01 » 0,05	100	10
» 0,05 » 0,2	100	5

**Примечание.** Допускается растворение навески соляной кислотой с пероксидом водорода.

Оптическую плотность растворов измеряют в подходящей кювете в области длин волн 413—425 нм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит раствор контрольного опыта.

Содержание железа устанавливают по градуировочному графику.

2.3.2. При массовой доле меди свыше 0,05 % навеску цинка массой 2,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают кипятить до удаления оксидов азота. Доводят объем водой до 70 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого лантана, нагревают до 60—70 °С и приливают 12—13 см<sup>3</sup> аммиака для перевода цинка в аммиачный комплекс.

Через 30 мин осадок гидроксидов фильтруют через фильтр средней плотности и промывают несколько раз теплым раствором аммиака, разбавленным 2:100. Осадок смывают с фильтра горячей водой в колбу, в которой проводилось осаждение, остатки осадка на фильтре и осадок в колбе растворяют в 10 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают несколько раз горячей водой. Раствор упаривают до объема 2—3 см<sup>3</sup> и охлаждают.

В зависимости от массовой доли железа для анализа берут весь раствор или аликвотную часть его после разбавления водой в соответствии с табл. 1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора виннокислого калия-натрия и далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

2.3.2а. Допускается устранение влияния меди восстановлением металлическим кадмием. Навеску цинка массой 2,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют в 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты 1:1, добавляют 0,25 см<sup>3</sup> пероксида водорода и кипятят до удаления избытка пероксида водорода. Добавляют 0,5 г кадмия и осторожно нагревают в течение 3 мин, часто встряхивая, до полного восстановления меди.

Охлаждают, фильтруют через неплотный бумажный фильтр, собирая количественно раствор и промывные воды в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и далее по п. 2.3.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2.3.3. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью