

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

ГОСТ 12868—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# ИОНИТЫ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 8—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## ИОНИТЫ

Методы определения железа

ГОСТ  
12868—77Ion-exchange resins.  
Methods for determination of iron

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на ионообменные смолы и устанавливает комплексно-нометрический и фотоколориметрический методы определения железа в полимеризационных и поликонденсационных ионитах гелевой и макропористой структуры.

Для ионитов с массовой долей железа от 0,002 до 0,2 % применяют фотоколориметрический метод, а 0,2 % и более — комплекснонометрический метод.

## 1. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Электрошкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру от 50 до 200 °С с погрешностью регулирования температуры не более 5 °С.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 900 °С.

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Колбы мерные исполнений 1, 2 класса точности 2 вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Колба коническая типа Кн исполнений 1, 2 вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные исполнений 1, 2 вместимостью 10 см<sup>3</sup> и исполнений 1—4 вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Бюретки исполнений 1—3 класса точности 2 вместимостью 25 см<sup>3</sup> с ценой деления не более 0,05 см<sup>3</sup>.

Пипетки исполнения 2 класса точности 2 вместимостью 1, 5, 10 и 25 см<sup>3</sup> и исполнений 2, 4, 5 классов точности 1, 2 вместимостью 1 см<sup>3</sup>.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Тигель фарфоровый № 5 высокой формы с крышкой по ГОСТ 9147.

Кислота аминокусусная по ГОСТ 5860, ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., концентрированная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., концентрированная и раствор концентрации  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$  (0,01 н.).

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.д.а., концентрированная.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.д.а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 25 %-ный раствор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч.д.а., раствор концентрации  $c(1/2 \text{Na}_2\text{H}_{14}\text{C}_{10}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$  (0,01 н.).

Вариаминовый синий (индикатор); готовят следующим образом: 1,0 г индикатора тщательно растирают в ступке с 99 г сухого хлористого натрия.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, ч.д.а., 10 %-ный раствор.

Ортофенантролин; готовят следующим образом: 0,28 г моногидрата растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 см<sup>3</sup>. Хранят в темной склянке с притертой пробкой на холоде.

Квасцы железоаммонийные по НТД, х.ч., основной раствор; готовят по ГОСТ 4212, рабочий раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 200 раз раствором серной кислоты концентрации  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup> (0,01 н.).

1 см<sup>3</sup> этого раствора содержит 0,005 мг железа.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная, отвечающая требованиям ГОСТ 6709.

Бумага индикаторная универсальная, рН 1,0—10,0.

Бумага индикаторная конго.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или любые аналогичные такого же класса точности.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

### 2.1. Определение железа комплексонометрическим методом

#### 2.1.1. Принцип метода

Принцип комплексонометрического метода определения железа заключается в способности ионов трехвалентного железа образовывать с трилоном Б устойчивые комплексные соединения. Анализ проводят в присутствии индикатора вариаминового синего при рН 2—3.

#### 2.1.2. Проведение анализа

1,0—1,5 г ионита, высушенного до постоянной массы по ГОСТ 10898.1, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в фарфоровый тигель, смачивают 0,5—1,0 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, помещают в холодную муфельную печь и постепенно нагревают.

Тигель с содержимым прокаливают 2 ч в муфельной печи при 850—900 °С до разрушения гранул ионита. Полученную золу растворяют в 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты с добавлением 3—5 капель азотной кислоты.

Далее содержимое тигля закрывают крышкой и нагревают на водяной бане до растворения золы. При необходимости операцию растворения повторяют после упаривания раствора досуха. Крышку после нагрева обмывают 2—3 см<sup>3</sup> воды, собирая промывные воды в тот же тигель.

Затем содержимое тигля количественно переносят в коническую колбу, доводят объем раствора до 100 см<sup>3</sup> водой и осторожно нейтрализуют аммиаком до рН 2—3 по универсальной индикаторной бумаге.

К нейтрализованному раствору добавляют 0,2—0,5 г аминокусусной кислоты, индикатор вариаминовый синий небольшими порциями (на кончике шпателя) и медленно, по каплям, титруют трилоном Б до перехода фиолетовой окраски в желтую.

Параллельно проводят контрольное определение с теми же количествами реактивов и при тех же условиях.

### 2.2. Определение железа фотоколориметрическим методом

#### 2.2.1. Принцип метода

Принцип фотоколориметрического метода определения железа заключается в способности ионов двухвалентного железа образовывать с ортофенантролином комплексные соединения, окрашенные в оранжево-красный цвет при рН 3—9.

#### 2.2.2. Проведение анализа

Около (1±0,1) г ионита, высушенного до постоянной массы по ГОСТ 10898.1, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, далее проводят озоление навески ионита и последующее растворение золы по п. 2.1.2.

Содержимое тигля количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Из колбы отбирают 5, 10 или 25 см<sup>3</sup> раствора в зависимости от содержания железа, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксилламина, выдерживают 1 мин, затем добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора ортофенантролина, раствор аммиака по каплям до исчезновения синей окраски бумаги конго. После этого объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и оставляют на 10—15 мин до появления устойчивой окраски. Железо определяют на фотоколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 490—540 нм и кюветы с толщиной рабочего слоя 20 мм.

Параллельно проводят контрольное определение без пробы ионита (контрольный раствор) с теми же реактивами и при тех же условиях, начиная с добавления соляной кислоты.