



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

Хімічні реактиви

**МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ  
ДОМІШОК ЗАЛІЗА**

ДСТУ 7262:2012

*Видання офіційне*



БЗ № 7—12—2012/26

Київ  
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ  
2013

## ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет стандартизації «Аналіз газів, рідких та твердих речовин» (ТК 122), Державне підприємство «Всеукраїнський державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів» Мінекономрозвитку України («Укрметртестстандарт»)

РОЗРОБНИКИ: **В. Гаврилкін; С. Кулик**, канд. хім. наук; **М. Рожнов**, канд. хім. наук (науковий керівник); **М. Урда**, канд. техн. наук

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України від 28 листопада 2012 р. № 1354

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 10555–75)

---

Право власності на цей документ належить державі.  
Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю або частково  
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.  
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2013

## ЗМІСТ

	с.
1 Сфера застосування .....	1
2 Нормативні посилання.....	1
3 Терміни та визначення понять.....	2
4 Вимоги щодо безпеки.....	2
5 Батофенантроліновий метод визначення домішок заліза .....	3
5.1 Загальна характеристика методу.....	3
5.2 Правила готування до випробування .....	3
5.3 Виділення заліза з реактиву .....	3
5.4 Випробування .....	4
5.5 Правила опрацювання результатів випробування .....	5
5.6 Правила оформлення результатів випробування .....	6
5.7 Допустима похибка результатів випробування .....	6
6 2,2'-дипіридиловий метод визначення домішок заліза .....	6
6.1 Загальна характеристика методу.....	6
6.2 Готування до випробування та виділення заліза з реактиву .....	6
6.3 Випробування .....	6
6.4 Правила опрацювання результатів випробування.....	7
6.5 Правила оформлення результатів випробування .....	7
6.6 Допустима похибка результатів випробування .....	7
7 1,10-фенантроліновий метод визначення домішок заліза .....	8
7.1 Загальна характеристика методу.....	8
7.2 Правила готування до випробування .....	8
7.3 Випробування .....	8
7.4 Правила опрацювання результатів випробування.....	9
7.5 Правила оформлення результатів випробування .....	9
7.6 Допустима похибка результатів випробування .....	9

8 Роданідний метод визначення домішок заліза .....	9
8.1 Загальна характеристика методу.....	9
8.2 Готування до випробовування та виділення заліза з реактиву .....	9
8.3 Випробовування .....	9
8.4 Правила опрацювання результатів випробування .....	11
8.5 Правила оформлення результатів випробування .....	11
8.6 Допустима похибка результатів випробування .....	11
9 Сульфосаліциловий метод визначення домішок заліза .....	12
9.1 Загальна характеристика методу.....	12
9.2 Готування до випробовування та виділення заліза з реактиву .....	12
9.3 Випробовування .....	12
9.4 Правила опрацювання результатів випробування .....	13
9.5 Правила оформлення результатів випробування .....	13
9.6 Допустима похибка результатів випробування .....	13
Додаток А Ферозіновий метод визначення домішок заліза .....	13
Додаток Б Бібліографія .....	15

## НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ХІМІЧНІ РЕАКТИВИ

## МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ДОМІШОК ЗАЛІЗА

ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ ЖЕЛЕЗА

CHEMICAL REAGENTS

## TEST METHODS FOR IRON IMPURITIES

Чинний від 2013–03–01

**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт поширюється на хімічні реактиви і встановлює фотоколориметричні методи визначення домішок заліза:

- батофенантроліновий метод;
- 2,2'-дипіридилловий метод;
- 1,10-фенантроліновий метод;
- роданідний метод;
- сульфосаліциловий метод;

Як арбітражний використовують 2,2'-дипіридилловий метод визначення домішок заліза.

**2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ**

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 2215–93 Розчини та індикатори, терміни та визначення

ДСТУ 2216–93 Реактиви та особливо чисті речовини. Позначення та методи визначення чистоти.

Терміни та визначення

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ EN 45501:2007 Прилади неавтоматичні зважувальні. Загальні технічні вимоги та методи випробувань (EN 45501:1992, IDT)

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння (ISO 3696:1987, IDT)

ДСТУ ISO 8466-1–2001 Якість води. Визначання градувальної характеристики методик кількісного хімічного аналізу. Частина 1. Статистичне оцінювання лінійної градувальної характеристики (ISO 8466-1:1990, IDT)

ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій (ISO/IEC 17025:2005, IDT)

ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (ССБП. Загальні санітарно-гігієнічні вимоги до повітря робочої зони)

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия (Реактивы. Кислота оцтова. Технічні умови)

ГОСТ 199–78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия (Реактивы. Натрий оцтовокислый 3-водный. Технічні умови)

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Загальні технічні умови)

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактиви. Кислота соляная. Технічні умови)

ГОСТ 3652–69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия (Реактиви. Кислота лимонна моногідрат і безводна. Технічні умови)

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия (Реактиви. Аміак водний. Технічні умови)

ГОСТ 4109–79 Реактивы. Бром. Технические условия (Реактиви. Бром. Технічні умови)

ГОСТ 4212–76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа (Реактиви. Готування розчинів для колориметричного та нефелометричного аналізу)

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (Реактиви. Кислота азотна. Технічні умови)

ГОСТ 4478–78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия (Реактиви. Кислота сульфосалицилова 2-водна. Технічні умови)

ГОСТ 4517–87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе (Реактиви. Методи готування допоміжних реактивів та розчинів, які застосовують під час аналізування)

ГОСТ 5456–79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия (Реактиви. Гідроксиламіну гідрохлорид. Технічні умови)

ГОСТ 5830–79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия (Реактиви. Спирт ізоаміловий. Технічні умови)

ГОСТ 10929–76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия (Реактиви. Водню пероксид. Технічні умови)

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия (Папір фільтрувальний лабораторний. Технічні умови)

ГОСТ 20478–75 Реактивы. Аммоний надсерноокислый. Технические условия (Реактиви. Амоній надсірчаноокислий. Технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд та обладнання лабораторні скляні. Типи, основні параметри та розміри)

ГОСТ 27067–86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия (Реактиви. Амонію роданід. Технічні умови)

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний (Термометри рідинні скляні. Загальні технічні вимоги. Методи випробування)

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Піпетки градуйовані. Частина 1. Загальні вимоги)

НПАОП 40.1-1.21–98 Правила безпечної експлуатації електроустановок споживачів

НПАОП 73.1-1.11–12 Правила охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях.

### **3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ**

У цьому стандарті використано терміни, установлені в ДСТУ 2215: контрольний розчин, водневий показник (рН), еталонний стандартний розчин, а також у ДСТУ 2216: буферний розчин, дистильована вода, домішка, хімічний реактив, особливо чиста речовина, фотоколориметричний метод аналізу.

### **4 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ**

Під час визначання домішок заліза виконують вимоги НПАОП 40.1-1.21 та НПАОП 73.1-1.11.

Уміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинен перевищувати гранично допустимих концентрацій, установлених згідно з ГОСТ 12.1.005.

До виконання робіт залучають персонал згідно з вимогами ДСТУ ISO/IEC 17025.

## 5 БАТОФЕНАНТРОЛІНОВИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ДОМІШОК ЗАЛІЗА

### 5.1 Загальна характеристика методу

Іони Fe (III) відновлюють гідроксиламіну гідрохлоридом до іонів Fe (II). За наявності батофенантроліну іони Fe (II) утворюють забарвлену в рожевий колір комплексну сполуку, яку екстрагують ізоаміловим спиртом. Уміст заліза в пробі визначають фотоколориметричним методом, використовуючи заздалегідь побудований графік градувальної характеристики.

Забарвлення комплексної сполуки іонів заліза Fe (II) з батофенантроліном зберігається щонайбільше 3 год.

Відомостей про іони, які заважають визначенню домішок заліза, немає.

Маса заліза в пробі випробного реактиву має становити від 0,001 мг до 0,03 мг.

Виділення заліза з реактиву та випробування виконують за таких умов:

- температура навколишнього повітря від 15 °С до 25 °С;
- відносна вологість повітря до 80 %;
- атмосферний тиск від 84 кПа до 106 кПа.

### 5.2 Правила готування до випробування

5.2.1 Відбирання проб реактиву для випробування проводять згідно з технічною документацією на реактив.

5.2.2 Скляний посуд ретельно промивають водним розчином з масовою часткою соляної кислоти 25 % згідно з ГОСТ 3118 та водою для застосування в лабораторіях будь-якого класу згідно з ДСТУ ISO 3696.

5.2.3 Масу проби випробного реактиву встановлюють відповідно до документації на реактив залежно від масової частки заліза в реактиві.

5.2.4 Значення оптичної густини випробного розчину не повинне перевищувати 0,5. Для коригування цього значення використовують кювети спектрофотометра з іншою товщиною світлопоглинального шару, ніж зазначено у відповідному розділі цього стандарту. За потреби розбавляють розчин.

5.2.5 Якщо необхідно розширити наведені в цьому стандарті границі діапазону маси заліза в пробі випробного реактиву, також використовують кювети з необхідною товщиною та/або розводять розчин. Кількість реактивів для готування градувальних розчинів відповідно змінюють.

5.2.6 Випробний реактив, а також реактиви для виготовлення допоміжних розчинів, необхідних для визначення домішок заліза, зважують із точністю до 0,01 г.

5.2.7 У разі помутніння проби після розчинення й підкислення випробного реактиву розчин фільтрують крізь відповідний фільтр. Помутніння проби після подальшого додавання реактивів вказує на неможливість застосування методу.

5.2.8 Якщо визначення домішок заліза безпосередньо в реактиві неможливе, готують випробний розчин згідно з документацією на реактив або виділяють залізо з реактиву згідно з 5.3.

5.2.9 Засоби вимірювання мають бути повіреними або відкаліброваними в установленому порядку.

### 5.3 Виділення заліза з реактиву

#### 5.3.1 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для виділення заліза з реактиву використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- термометр із ціною поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 50 °С до 100 °С;
- лійку ВД-25—36 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу Кн-1—250—24/29 (19/26) ТС — згідно з ГОСТ 25336;
- піпетки будь-якого виконання місткістю 1 см<sup>3</sup> та 2 см<sup>3</sup> — згідно з ГОСТ 29227 (ИСО 835-1);
- стакан В-1 (2)—100 ТХС — згідно з ГОСТ 25336;
- циліндр 1 (3)—100 (50) — згідно з ГОСТ 1770;
- аміак водний — згідно з ГОСТ 3760;
- розчин з масовою часткою аміаку водного 10 % — згідно з ГОСТ 4517;

- амонію хлорид, що не містить заліза, — згідно з ГОСТ 4517;
- воду для застосування в лабораторіях будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- азотну кислоту — згідно з ГОСТ 4461;
- розчин з масовою часткою азотної кислоти 25 % — згідно з ГОСТ 4517;
- соляну кислоту — згідно з ГОСТ 3118;
- розчин з масовою часткою соляної кислоти 25 % — згідно з ГОСТ 4517;
- промивну рідину, яку готують у такий спосіб: 5 г амонію хлориду вміщують у конічну колбу, розчиняють у 90 см<sup>3</sup> води, додають 10 см<sup>3</sup> розчину аміаку з масовою часткою 10 % і перемішують;
- папір фільтрувальний лабораторний марки ФБ — згідно з ГОСТ 12026.

### 5.3.2 Методика та правила виділення заліза з реактиву

Потрібну кількість випробного реактиву вміщують у стакан, розчиняють у 20—25 см<sup>3</sup> води для застосування в лабораторіях (далі — вода), додають 1 см<sup>3</sup> розчину азотної кислоти та кип'я-тять розчин упродовж 2 хв. Після припинення кипіння додають до розчину 2 г амонію хлориду. По краплях, перемішуючи, додають розчин аміаку до повного розчинення осаду, який спочатку випадає. Розчин знову нагрівають до кипіння, після чого залишають для коагуляції осаду заліза гідроксиду, що випадає під час нагрівання.

Через 1 год розчин фільтрують з використанням фільтрувального паперу. Осад, що залишився на фільтрі, промивають водою, яка має температуру (70 ± 10) °С, до знебарвлення фільтра. Фільтрат і промивні води видалляють.

Промитий осад розчиняють на фільтрі у 2 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, який має температу-ру (60 ± 10) °С. Розчин соляної кислоти додають по краплях. Фільтр промивають водою об'ємом 20—25 см<sup>3</sup>. Розчин соляної кислоти, у якому розчинено осад, і промивні води об'єднують. В об'єдна-ному розчині визначають уміст заліза.

## 5.4 Випробовування

### 5.4.1 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для випробування використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- спектрофотометр будь-якого типу;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- термометр із ціною поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0 °С до 50 °С;
- лійку ділильну ВД-1 (3)—100 ХС або ВД-3—100 ХС — згідно з ГОСТ 25336;
- піпетки місткістю 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup> будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 29227 (ИСО 835-1);
- циліндр 1 (3)—50 (100) — згідно з ГОСТ 1770;
- розчин з масовою часткою батофенантроліну 0,08 % в ізоаміловому спирті;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- гідроксиламіну гідрохлорид — згідно з ГОСТ 5456;
- розчин гідроксиламіну гідрохлориду з масовою часткою 10 %, приготований згідно з ГОСТ 4517;
- соляну кислоту — згідно з ГОСТ 3118;
- розчин з масовою часткою соляної кислоти 25 %, приготований згідно з ГОСТ 4517;
- натрій оцтовокислий 3-водний — згідно з ГОСТ 199;
- розчин з масовою часткою натрію оцтовокислого 3-водного 10 %;
- спирт ізоаміловий — згідно з ГОСТ 5830;
- спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221;
- папір індикаторний універсальний (далі — папір індикаторний) будь-якого типу.

### 5.4.2 Побудова графіка градуувальної характеристики

#### 5.4.2.1 Правила побудови графіку градуувальної характеристики

Розчин, що містить залізо, який використовують для побудови графіка градуувальної харак-теристики, готують згідно з ГОСТ 4212. За потреби розчин розводять водою. Розведений розчин застосовують одразу після виготовлення.



Графік градувальної характеристики будують згідно з ДСТУ ISO 8466-1. Використовують розчини з відомим умістом заліза, відкладаючи на осі абсцис значення маси заліза в міліграмах, які містяться в певній пробі розчину, а на осі ординат — відповідні значення оптичної густини за вказаної у цьому стандарті довжини хвилі  $\lambda$  у нанометрах, виміряні відносно води. Графік будують принаймні один раз на три місяці, а також у разі заміни партій реактивів або спектрофотометра.

Примітка 1. Якщо покази спектрофотометра виражено в одиницях пропускання (відсотках) за довжини хвилі  $\lambda$ , то їх можна наносити на папір з напівлогарифмічною шкалою або перераховувати у величини оптичної густини за формулою (1):

$$D(\lambda) = \lg(100/T(\lambda)), \quad (1)$$

де  $D(\lambda)$  — оптична густина за довжини хвилі  $\lambda$ ;  
 $T(\lambda)$  — пропускання за довжини хвилі  $\lambda$ , %;  
 100 — коефіцієнт перерахування величини пропускання у величину оптичної густини.

#### 5.4.2.2 Методика побудови графіка градувальної характеристики

Якщо застосовують кювети з товщиною світлопоглинального шару 10 мм, то градувальні розчини готують у такий спосіб.

У десять ділільних лійок наливають водні розчини, в яких містяться 0,002; 0,003; 0,005; 0,006; 0,007; 0,008; 0,009; 0,010; 0,0012; 0,015 мг заліза, і доводять об'єм розчинів у лійках водою до 30 см<sup>3</sup> (об'єм доданої води розраховують за різницею об'ємів).

У кожен лійку додають 1 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, 1 см<sup>3</sup> розчину гідроксиламіну гідрохлориду, 10 см<sup>3</sup> розчину натрію оцтовокислого 3-водного і 10 см<sup>3</sup> розчину батофенантроліну. Лійки закорковують і струшують упродовж 3 хв. Після розшарування розчину нижній водний шар видаляють. До спиртового шару додають 0,1 см<sup>3</sup> етилового спирту.

Через 5 хв вимірюють оптичну густина розчинів відносно води, використовуючи спектрофотометр на довжині хвилі 533 нм.

За результатами вимірювання оптичної густини будують графік градувальної характеристики.

Дозволено використовувати більшу кількість градувальних розчинів. Якщо маса заліза у випробному реактиві менше ніж 0,002 мг або більше ніж 0,03 мг, застосовують кювети або розбавляють розчин згідно з 5.2.4. Об'єм ізоамілового спирту має становити 10 см<sup>3</sup>.

#### 5.4.3 Методика та правила випробування

Випробний розчин ( $\text{pH} \leq 2$ ) уміщують у ділільну лійку, розбавляють водою до об'єму 30 см<sup>3</sup> (об'єм доданої води розраховують за різницею об'ємів), додають 1 см<sup>3</sup> розчину гідроксиламіну гідрохлориду, 10 см<sup>3</sup> розчину натрію оцтовокислого 3-водного і 10 см<sup>3</sup> розчину батофенантроліну.

Примітка 2. Для визначення pH використовують індикаторний папір, на який скляною паличкою наносять краплю розчину.

Лійки закорковують і струшують упродовж 3 хв.

Якщо маса домішок заліза у випробному реактиві становить від 0,0005 мг до 0,001 мг, екстракцію виконують меншим об'ємом розчину батофенантроліну (наприклад 2—3 см<sup>3</sup>).

Після розшарування розчину нижній водний шар видаляють. До спиртового шару додають 0,1 см<sup>3</sup> етилового спирту. Через 5 хв вимірюють оптичну густина розчинів відносно води згідно з 5.4.2.2. За отриманим значенням оптичної густини, використовуючи графік градувальної характеристики, обчислюють масу заліза у випробному розчині.

### 5.5 Правила опрацювання результатів випробування

5.5.1 Масову частку заліза  $\omega_{\text{Fe}}$  у відсотках обчислюють за формулою (2):

$$\omega_{\text{Fe}} = \frac{m \cdot K}{m_1}, \quad (2)$$

де  $m$  — маса заліза, визначена за графіком градувальної характеристики, мг (мкг);

$m_1$  — маса реактиву, витраченого під час випробування, г;

$K$  — коефіцієнт, який дорівнює 0,1, якщо  $m$  виражено в міліграмах, і 0,0001, якщо  $m$  виражено в мікрограмах.

5.5.2 Масову частку заліза  $\omega_{\text{Fe}}$  у міліграмах на грам або в мікрограмах на грам обчислюють за формулою (3):

$$\omega_{\text{Fe}} = \frac{m}{m_1}. \quad (3)$$

**5.5.3** Результатом вимірювання масової частки заліза в реактиві є середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень цієї величини.

#### **5.6 Правила оформлення результатів випробування**

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025.

#### **5.7 Допустима похибка результатів випробування**

Значення границь допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза  $\delta$  у відсотках за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границь допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань  $r_a$  у відсотках наведено в таблиці 1.

**Таблиця 1** — Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань для батофенантролінового методу визначення домішок заліза

Визначена маса заліза, мг	Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза $\delta$ , %	Границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань $r_a$ , %
Від 0,002 до 0,005	$\pm 50$	10
Понад 0,005 до 0,03	$\pm 35$	10

## **6 2,2'-ДИПИРИДИЛОВИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ДОМІШОК ЗАЛІЗА**

### **6.1 Загальна характеристика методу**

Відновлюють іони Fe (III) до іонів Fe (II) аскорбіновою кислотою або гідроксиламіну гідрохлоридом. За наявності 2,2'-дипіридилу іони Fe (II) утворюють забарвлену в червоний колір комплексну сполуку. Уміст заліза в пробі визначають фотокolorиметричним методом, використовуючи заздалегідь побудований графік градуувальної характеристики.

Забарвлення комплексної сполуки іонів Fe (II) з 2,2'-дипіридиллом зберігається щонайбільше 3 год.

Визначенню заважають іони срібла, ртуті, міді, нікелю, кобальту, цинку, вісмуту, оксалатів, ціанідів, фосфатів, молібдену. Метод не застосовують для сполук кадмію. Відновлювач зазначають у технічній документації на продукцію.

Маса заліза в пробі випробного реактиву має становити від 0,002 мг до 0,5 мг.

Умови виділення заліза з реактиву та умови випробування наведено у 5.1.

### **6.2 Готування до випробування та виділення заліза з реактиву**

Готують реактив до випробування та виділяють з нього залізо згідно з 5.2 і 5.3.

### **6.3 Випробування**

#### **6.3.1 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали**

Для випробування використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- спектрофотометр будь-якого типу;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- термометр із ціною поділки 0,1 °C — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0 °C до 50 °C;
- колби 2—100—2 — згідно з ГОСТ 1770;
- піпетки місткістю 1, 2, 5, 10 та 25 см<sup>3</sup>, будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 29227 (ISO 835-1);
- циліндр 1 (3)—50 — згідно з ГОСТ 1770;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- гідроксиламіну гідрохлорид — згідно з ГОСТ 5456;
- розчин гідроксиламіну гідрохлориду з масовою часткою 10 %, який готують згідно з ГОСТ 4517;
- розчин аскорбінової кислоти з масовою часткою 5 %, який готують згідно з ГОСТ 4517;
- соляну кислоту — згідно з ГОСТ 3118;
- розчин соляної кислоти з масовою часткою 25 %, який готують згідно з ГОСТ 4517;
- розчин 2,2'-дипіридилу з масовою часткою 0,5 %, який готують згідно з ГОСТ 4517;
- кислоту лимонну, моногідрат або безводну — згідно з ГОСТ 3652;

- аміак водний — згідно з ГОСТ 3760;
- розчин аміаку водного з масовою часткою 10 %, який готують згідно з ГОСТ 4517;
- папір індикаторний будь-якого типу.

### 6.3.2 Побудова графіка градувальної характеристики

#### 6.3.2.1 Правила побудови графіка градувальної характеристики

Графік градувальної характеристики будують згідно з 5.4.2.1.

#### 6.3.2.2 Методика побудови графіка градувальної характеристики

Якщо застосовують кювети з товщиною світлопоглинального шару 50 мм, то градувальні розчини готують у такий спосіб.

У десять мірних колб наливають розчини, в яких містяться 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,020; 0,030; 0,035; 0,040; 0,050 мг заліза.

Доводять об'єм розчинів водою до 40 см<sup>3</sup> і вміст колб перемішують.

У кожен колбу додають 1 см<sup>3</sup> розчину аскорбінової кислоти (або 5 см<sup>3</sup> розчину гідроксиламіну гідрохлориду), 2 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти та 5 см<sup>3</sup> розчину 2,2'-дипіридилу.

У кожен колбу додають розчин аміаку до досягнення значення рН від 3 до 4 (рН визначають згідно з приміткою 2 до 5.4.3). Додають до розчинів у колбах воду до позначки і перемішують. Через 30 хв вимірюють оптичну густину розчинів відносно води, використовуючи спектрофотометр на довжині хвилі 522 нм.

За результатами вимірювання оптичної густини будують графік градувальної характеристики. Дозволено використовувати більшу кількість градувальних розчинів.

### 6.3.3 Методика та правила випробування

6.3.3.1 Випробний розчин (рН ≤ 2, рН визначають згідно з приміткою 2 до 5.4.3), уміщують у мірну колбу, доводять об'єм розчину водою до 40 см<sup>3</sup>, додають 1 см<sup>3</sup> розчину аскорбінової кислоти (або 5 см<sup>3</sup> розчину гідроксиламіну гідрохлориду) та 5 см<sup>3</sup> розчину 2,2'-дипіридилу. Дозволено замість розчину аскорбінової кислоти додавати 0,1 г аскорбінової кислоти.

Під час визначення вмісту заліза в сполуках алюмінію перед внесенням відновлювача додають 10 см<sup>3</sup> розчину з масовою часткою лимонної кислоти 30 %.

6.3.3.2 До розчину додають розчин аміаку до досягнення значення рН від 3 до 4 (рН визначають згідно з приміткою 2 до 5.4.3). Об'єм розчинів доводять до позначки водою.

6.3.3.3 Через 30 хв оптичну густину розчину вимірюють відносно води згідно з 6.3.2.2. За отриманим значенням оптичної густини, використовуючи графік градувальної характеристики, обчислюють масу заліза у випробному розчині.

## 6.4 Правила опрацювання результатів випробування

6.4.1 Масову частку заліза  $\omega_{Fe}$  у відсотках та міліграмах на грам або мікрограмах на грам обчислюють за формулами (2) і (3).

6.4.2 Результатом вимірювання масової частки заліза в реактиві є середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень цієї величини.

## 6.5 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025.

## 6.6 Допустима похибка результатів випробування

Значення границь допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза  $\delta$  у відсотках за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границь допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань  $r_s$  у відсотках наведено в таблиці 2.

Таблиця 2 — Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань для 2,2'-дипіридилового методу визначення домішок заліза

Визначена маса заліза, мг	Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза $\delta$ , %	Границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань $r_s$ , %
Від 0,002 до 0,01	± 30	30
Понад 0,01 до 0,03	± 20	25
» 0,03 » 0,05	± 10	10
Примітка. Якщо маса заліза в пробі реактиву більше ніж 0,05 мг, то вимоги до характеристик $\delta$ та $r_s$ має бути зазначено в документації на продукцію		

## 7 1,10-ФЕНАНТРОЛІНОВИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ДОМІШОК ЗАЛІЗА

### 7.1 Загальна характеристика методу

Відновлюють іони Fe (III) до іонів Fe (II) гідроксиламіну гідрохлоридом. За наявності 1,10-фенантроліну іони Fe (II) утворюють забарвлену в помаранчево-червоний колір комплексну сполуку. Уміст заліза в пробі визначають фотоколориметричним методом, використовуючи заздалегідь побудований графік градувальної характеристики.

Забарвлення комплексної сполуки іонів Fe (II) з 1,10-фенантроліном зберігається щонайбільше 3 год.

Визначенню заважають іони нікелю, кобальту, кадмію, цинку, міді, олова, сурми, ціанідів, фосфатів, оксалатів і фторидів.

Маса заліза в пробі випробного реактиву має становити від 0,002 мг до 0,2 мг.

Умови виділення заліза з реактиву та умови випробування наведено у 5.1.

### 7.2 Правила готування до випробування

Графік градувальної характеристики будують згідно з 5.4.2.1.

### 7.3 Випробування

#### 7.3.1 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для випробування використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- спектрофотометр будь-якого типу;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- термометри з ціною поділки 0,1 °C — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0 °C до 50 °C та від 50 °C до 100 °C;
- колби 2—50—2 — згідно з ГОСТ 1770;
- колби Кн-2—100—22 — згідно з ГОСТ 25336;
- піпетки місткістю 1, 2, 5, 10, 25 см<sup>3</sup> будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 29227 (ИСО 835-1);
- стакан В-1 (2)—100 ТХС або колбу Кн-2—100—22 ТХС — згідно з ГОСТ 25336;
- циліндр 1 (3)—50 — згідно з ГОСТ 1770;
- воду — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- оцтову кислоту — згідно з ГОСТ 61;
- розчин з масовою часткою оцтової кислоти 12 %;
- 1,10-фенантролін — згідно з чинним нормативним документом;
- розчин 1,10-фенантроліну, приготований згідно з ГОСТ 4517;
- папір індикаторний будь-якого типу.

Примітка 3. Якщо визначають уміст заліза в солях титану та свинцю, для готування розчину 1,10-фенантроліну використовують 0,3 г реактиву

#### 7.3.2 Побудова графіка градувальної характеристики

##### 7.3.2.1 Правила побудови графіка градувальної характеристики

Графік градувальної характеристики будують згідно з 5.4.2.1.

##### 7.3.2.2 Методика побудови графіка градувальної характеристики

Якщо застосовують кювети з товщиною світлопоглинального шару 50 мм, градувальні розчини готують у такий спосіб

У десять конічних колб наливають розчини, в яких міститься 0,002; 0,003; 0,005; 0,007; 0,010; 0,015; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг заліза.

Доводять об'єм розчинів водою до 20 см<sup>3</sup> (об'єм доданої води розраховують за різницею об'ємів) і перемішують розчини.

До кожного розчину додають 0,1 см<sup>3</sup> розчину оцтової кислоти та 5,0 см<sup>3</sup> розчину 1,10-фенантроліну. Нагрівають розчин упродовж 10 хв на водяній бані за температури 100 °C, після чого охолоджують його до температури (20 ± 5) °C. Переносять розчин у мірну колбу й доводять його об'єм до позначки водою.

Через 30 хв вимірюють оптичну густину розчинів відносно води, використовуючи спектрофотометр на довжині хвилі 508 нм.

За результатами вимірювання будують графік градувальної характеристики.

Дозволено використовувати більшу кількість градувальних розчинів.

### 7.3.3 Методика та правила випробування

7.3.3.1 У конічну колбу вміщують 20 см<sup>3</sup> випробного розчину (рН ≤ 2, рН визначають згідно з приміткою 2 до 5.4.3) додають 5 см<sup>3</sup> розчину 1,10-фенантроліну. Нагрівають розчин протягом 10 хв на водяній бані за температури 100 °С, після чого охолоджують до температури (20 ± 5) °С. Переносять розчин у мірну колбу й доводять його об'єм до позначки водою.

7.3.3.2 Через 30 хв вимірюють оптичну густину розчину відносно води згідно з 7.3.2.2. За отриманим значенням оптичної густини, використовуючи графік градувальної характеристики, обчислюють масу заліза у випробному розчині.

### 7.4 Правила опрацювання результатів випробування

7.4.1 Масову частку заліза  $\omega_{Fe}$  у відсотках та міліграмах на грам або мікрограмах на грам обчислюють за формулами (2) і (3).

7.4.2 Результатом вимірювання масової частки заліза в реактиві є середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень цієї величини.

### 7.5 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025.

### 7.6 Допустима похибка результатів випробування

Значення границь допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза  $\delta$  у відсотках за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границь допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань  $r_s$  у відсотках наведено в таблиці 3.

Таблиця 3 — Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань для 1,10-фенантролінового методу визначення домішок заліза

Визначена маса заліза, мг	Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза $\delta$ , %	Границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань $r_s$ , %
Від 0,002 до 0,01	± 30	30
Понад 0,01 до 0,03	± 20	25
» 0,03 » 0,05	± 10	10

Примітка. Якщо маса заліза в пробі реактиву становить від 0,05 мг до 0,2 мг, то вимоги до характеристик  $\delta$  та  $r_s$  має бути зазначено в документації на продукцію.

## 8 РОДАНІДНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ДОМІШОК ЗАЛІЗА

### 8.1 Загальна характеристика методу

Окислюють іони Fe (II) до іонів Fe (III) азотною кислотою, амонію персульфатом або водню пероксидом. За наявності роданід-іонів іони Fe (III) утворюють забарвлену в червоний колір нестійку комплексну сполуку. Уміст заліза в пробі визначають фотоколориметричним методом, використовуючи заздалегідь побудований графік градувальної характеристики.

Визначенню домішок заліза заважають іони кобальту, молібдену, вісмуту, титану, хрому, цитратів, фторидів, фосфатів, оксалатів, ацетатів.

Маса заліза в пробі випробного реактиву має становити від 0,002 мг до 0,1 мг.

Умови виділення заліза з реактиву та умови випробування наведено у 5.1.

### 8.2 Готування до випробування та виділення заліза з реактиву

Готують реактив до випробування та виділяють з нього залізо згідно з 5.2 і 5.3.

### 8.3 Випробування

#### 8.3.1 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для випробування використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- спектрофотометр будь-якого типу;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- термометр із ціною поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0 °С до 50 °С;

- колби 2—50—2 — згідно з ГОСТ 1770;
- колби Кн-2—100—22 — згідно з ГОСТ 25336;
- піпетки місткістю 1, 2, 5, 10, 25 см<sup>3</sup> будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 29227 (ИСО 835-1);
- циліндри 2 (4)—50 та 2 (4)—100 — згідно з ГОСТ 1770;
- амонію персульфат — згідно з ГОСТ 20478;
- розчин з масовою часткою амонію персульфату 5 %, свіжоприготований;
- амонію роданід — згідно з ГОСТ 27067;
- розчин з масовою часткою амонію роданіду 30 %;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- азотну кислоту — згідно з ГОСТ 4461;
- розчин з масовою часткою азотної кислоти 25 % — згідно з ГОСТ 4517;
- соляну кислоту — згідно з ГОСТ 3118;
- розчин з масовою часткою соляної кислоти 25 % — згідно з ГОСТ 4517;
- водню пероксид — згідно з ГОСТ 10929;
- розчин з масовою часткою водню пероксиду 3 %;
- папір індикаторний будь-якого типу.

### **8.3.2** *Визначання домішок заліза з попереднім окислюванням азотною кислотою*

#### **8.3.2.1** *Правила та методика побудови графіка градувальної характеристики*

Графік градувальної характеристики будують згідно з 5.4.2.1.

Якщо застосовують кювети з товщиною світлопоглинального шару 50 мм, градувальні розчини готують у такий спосіб.

У конічні колби наливають розчини, в яких міститься 0,002; 0,003; 0,005; 0,007; 0,010; 0,015; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг заліза, доводять об'єм розчинів водою до 20 см<sup>3</sup> і перемішують розчини.

Об'єм доданої води розраховують за різницею об'ємів.

До кожного розчину додають 0,25 см<sup>3</sup> розчину азотної кислоти та кип'ятять упродовж 3 хв, після чого охолоджують. Охолоджені до температури (20 ± 5) °С розчини переносять у мірні колби. У кожну мірну колбу додають по 0,5 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, по 4 см<sup>3</sup> розчину амонію роданіду, доводять об'єм розчинів до позначки водою та вміст колб перемішують.

Через 2 хв після додавання розчину амонію роданіду вимірюють оптичну густину градувальних розчинів відносно води, використовуючи спектрофотометр на довжині хвилі 450 нм.

Дозволено використовувати більшу кількість градувальних розчинів.

#### **8.3.2.2** *Методика та правила випробування*

У конічну колбу вміщують 20 см<sup>3</sup> випробного розчину, додають 0,25 см<sup>3</sup> розчину азотної кислоти та кип'ятять упродовж 3 хв, після чого охолоджують.

Охолодженій до температури (20 ± 5) °С розчин переносять у мірну колбу.

У мірну колбу додають 0,5 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, 4 см<sup>3</sup> розчину роданіду амонію, доводять об'єм розчину водою до позначки та вміст колб перемішують.

Через 2 хв після додавання розчину амонію роданіду вимірюють оптичну густину випробного розчину відносно води згідно з 8.3.2.1.

Стійкість забарвлення роданідного комплексу зберігається протягом 5 хв.

За отриманим значенням оптичної густини, використовуючи графік градувальної характеристики, обчислюють масу заліза у випробному розчині.

### **8.3.3** *Визначання домішок заліза з попереднім окисненням заліза персульфатом амонію*

#### **8.3.3.1** *Правила та методика побудови графіка градувальної характеристики*

Графік градувальної характеристики будують згідно з 5.4.2.1.

Якщо застосовують кювети з товщиною світлопоглинального шару 50 мм, градувальні розчини готують у такий спосіб.

У десять мірних колб наливають розчини, в яких містяться 0,002; 0,003; 0,005; 0,007; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030 та 0,040 мг заліза, доводять об'єм розчинів водою до 20 см<sup>3</sup> води та перемішують уміст колб.

До кожного з розчинів додають 3 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, 1 см<sup>3</sup> розчину амонію персульфату, 4 см<sup>3</sup> розчину амонію роданіду, доводять об'єм розчинів водою до позначки та вміст колб перемішують.

Через 2 хв вимірюють величини оптичної густини градувальних розчинів відносно води, використовуючи спектрофотометр на довжині хвилі 450 нм.

За результатами вимірювання оптичної густини будують графік градувальної характеристики. Дозволено використовувати більшу кількість градувальних розчинів.

**8.3.3.2 Методика та правила випробування**

У мірну колбу вміщують 20 см<sup>3</sup> випробного розчину, додають 3 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, 1 см<sup>3</sup> розчину амонію персульфату, 4 см<sup>3</sup> розчину амонію роданіду, доводять об'єм розчину до позначки водою та перемішують уміст колби.

Вимірюють оптичну густину розчину згідно з 8.3.3.1.

За отриманим значенням оптичної густини, використовуючи графік градувальної характеристики, обчислюють масу заліза у випробному розчині.

**8.3.4 Визначення домішок заліза з попереднім окисненням заліза водню пероксидом****8.3.4.1 Правила та методика побудови графіка градувальної характеристики**

Графік градувальної характеристики будують згідно з 5.4.2.1.

Якщо застосовують кювети з товщиною світлопоглинального шару 50 мм, градувальні розчини готують у такий спосіб.

У конічні колби наливають розчини, в яких містяться 0,002; 0,003; 0,005; 0,007; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030 та 0,040 мг заліза, додають по 20 см<sup>3</sup> води та вміст колб перемішують.

У кожену колбу додають розчин соляної кислоти до досягнення значення рН 1 (рН визначають згідно з приміткою 2 до 5.4.3). У кожену колбу додають по 0,5 см<sup>3</sup> надлишку розчину соляної кислоти та по 2 см<sup>3</sup> розчину водню пероксиду. Розчини кип'ятять упродовж 3 хв, після чого їх охолоджують до температури (20 ± 5) °С.

Охолоджені розчини переносять у мірні колби, додають у кожену колбу по 0,5 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, по 5 см<sup>3</sup> розчину амонію роданіду та доводять об'єм розчинів до позначки водою.

Через 2 хв вимірюють оптичну густину градувальних розчинів відносно води, використовуючи спектрофотометр на довжині хвилі 450 нм.

За результатами вимірювання будують графік градувальної характеристики.

Дозволено використовувати більшу кількість градувальних розчинів.

**8.3.4.2 Методика та правила випробування**

У конічну колбу вміщують 20 см<sup>3</sup> випробного розчину, додають розчин соляної кислоти до рН 1 (рН визначають згідно з приміткою 2 до 5.4.3). У колбу додають 0,5 см<sup>3</sup> надлишку розчину соляної кислоти та 2 см<sup>3</sup> розчину водню пероксиду. Розчин кип'ятять упродовж 3 хв, після чого його охолоджують до температури (20 ± 5) °С.

Охолоджений розчин переносять у мірну колбу, додають 0,5 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, 5 см<sup>3</sup> розчину роданіду амонію та доводять об'єм розчину до позначки водою.

Вимірюють оптичну густину згідно з 8.3.4.1.

За отриманим значенням оптичної густини, використовуючи графік градувальної характеристики, обчислюють масу заліза у випробному розчині.

**8.4 Правила опрацювання результатів випробування**

**8.4.1** Масову частку заліза  $\omega_{Fe}$  у відсотках та міліграмах на грам або мікрограмах на грам обчислюють за формулами (2) і (3).

**8.4.2** Результатом вимірювання масової частки заліза в реактиві є середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень цієї величини.

**8.5 Правила оформлення результатів випробування**

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025.

**8.6 Допустима похибка результатів випробування**

Значення границь допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза  $\delta$  у відсотках за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границь допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань  $r_s$  у відсотках наведено в таблиці 4.

Таблиця 4 — Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань для роданідного методу визначення домішок заліза

Визначена маса заліза, мг	Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза $\delta$ , %	Границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань $r_s$ , %
Від 0,002 до 0,004	± 60	20
Понад 0,004 до 0,01	± 30	20
» 0,01 » 0,05	± 20	10

Примітка. Якщо маса заліза в пробі реактиву становить від 0,05 мг до 0,1 мг, то вимоги до характеристик  $\delta$  та  $r_s$  має бути зазначено в документації на продукцію.

## 9 СУЛЬФОСАЛІЦИЛОВИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ДОМІШОК ЗАЛІЗА

### 9.1 Загальна характеристика методу

За наявності сульфосаліцилової кислоти іони Fe в аміачному середовищі утворюють забарвлений у жовтий колір сульфосаліцилат заліза. Уміст заліза в пробі визначають фотоколориметричним методом, використовуючи заздалегідь побудований графік градувальної характеристики.

Стійкість забарвлення сульфосаліцилового комплексу зберігається упродовж 24 год.

Визначенню заважають іони марганцю. Лужні та лужноземельні метали, кадмій, цинк і більшість аніонів, зокрема фосфати, визначенню не заважають.

Маса заліза в пробі випробного реактиву має становити від 0,002 мг до 0,1 мг.

Умови виділення заліза з реактиву та умови випробування наведено у 5.1.

### 9.2 Готування до випробування та виділення заліза з реактиву

Готують реактив до випробування та виділяють з нього залізо згідно з 5.2 і 5.3.

### 9.3 Випробування

#### 9.3.1 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для випробування використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- спектрофотометр будь-якого типу;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- колби 2—50—2 — згідно з ГОСТ 1770;
- піпетки місткістю 1, 2, 5, 10, 25 см<sup>3</sup> будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 29227 (ИСО 835-1);
- аміак водний — згідно з ГОСТ 3760;
- воду — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- соляну кислоту — згідно з ГОСТ 3118;
- розчин з масовою часткою соляної кислоти 25 %, який готують згідно з ГОСТ 4517;
- сульфосаліцилову кислоту 2-водну — згідно з ГОСТ 4478;
- розчин з масовою часткою сульфосаліцилової кислоти 10 %.

#### 9.3.2 Побудова графіка градувальної характеристики

##### 9.3.2.1 Правила побудови графіка градувальної характеристики

Графік градувальної характеристики будують згідно з 5.4.2.1.

##### 9.3.2.2 Методика побудови графіка градувальної характеристики

Якщо застосовують кювети з товщиною світлопоглинального шару 50 мм, градувальні розчини готують у такий спосіб.

У десять мірних колб наливають розчини, в яких міститься 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030; 0,035; 0,040; 0,045; 0,050 мг заліза, додають по 20 см<sup>3</sup> води та вміст колб перемішують.

У кожен колбу додають по 1 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, по 2 см<sup>3</sup> розчину сульфосаліцилової кислоти, перемішують вміст колб, додають у кожен колбу по 5 см<sup>3</sup> розчину аміаку, доводять об'єм розчинів до позначки водою та перемішують вміст колб.

Через 10 хв вимірюють оптичну густину градувальних розчинів відносно води, використовуючи спектрофотометр на довжині хвилі 420 нм.

За результатами вимірювання будують графік градувальної характеристики.

Дозволено використовувати більшу кількість градувальних розчинів.

#### 9.3.3 Методика та правила випробування

9.3.3.1 У мірну колбу вміщують 20 см<sup>3</sup> випробного розчину, додають 1 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, 2 см<sup>3</sup> розчину сульфосаліцилової кислоти, вміст колби перемішують. Додають у колбу 5 см<sup>3</sup> розчину аміаку, доводять об'єм розчину до позначки водою, вміст колби перемішують.

Якщо домішку залізу визначають у солях цинку та кадмію, то розчин аміаку додають до повного розчинення осаду, який випадає спочатку. Після цього в мірну колбу додають 5 см<sup>3</sup> надлишку розчину аміаку.

9.3.3.2 Через 10 хв вимірюють оптичну густину розчину згідно з 9.3.2.2.

За отриманим значенням оптичної густини, використовуючи графік градувальної характеристики, обчислюють масу заліза у випробному розчині.



#### 9.4 Правила опрацювання результатів випробування

9.4.1 Масову частку заліза  $\omega_{Fe}$  у відсотках та міліграмах на грам або мікрограмах на грам обчислюють за формулами (2) і (3).

9.4.2 Результатом вимірювання масової частки заліза в реактиві є середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень цієї величини.

#### 9.5 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025.

#### 9.6 Допустима похибка результатів випробування

Значення границь допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза  $\delta$  у відсотках за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границь допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань  $r_b$  у відсотках наведено в таблиці 5.

Таблиця 5 — Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза за довірчої ймовірності  $P = 0,95$  та границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань для сульфосаліцилового методу визначення домішок заліза

Визначена маса заліза, мг	Границі допустимої відносної похибки визначення масової частки заліза $\delta$ , %	Границі допустимої відносної збіжності результатів двох паралельних вимірювань $r_b$ , %
Від 0,005 до 0,01	$\pm 60$	20
Понад 0,01 до 0,05	$\pm 30$	20

Примітка 1. Якщо маса заліза в пробі реактиву становить від 0,05 мг до 0,5 мг, то вимоги до характеристик  $\delta$  та  $r_b$  має бути зазначено в документації на продукцію.  
Примітка 2. У додатку А як довідковий наведено ферозіновий метод для визначення незначних домішок заліза.

### ДОДАТОКА (довідковий)

## ФЕРОЗИНОВИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ДОМІШОК ЗАЛІЗА

Додаток містить довідкові відомості, наведені в ASTM D 891 [1].

**A.1** Ферозіновий метод застосовують для визначення незначних домішок заліза. Випробувана речовина має бути розчинною у воді або іншому розчиннику.

Кожну речовину досліджують на відповідність умовам методу.

На правильність визначення впливає наявність будь-якого іона, який поглинає світло з довжиною хвилі 560 нм. Спостерігається вплив оксалат- (за концентрацій більше ніж  $500 \text{ млн}^{-1}$ ), ціанід- і нітрат-іонів [2].

Заважають такі метали, як мідь, кобальт, кальцій, магній, свинець, срібло, молібден, алюміній, нікель, цинк, миш'як, марганець, хром (VI), хром (III), кобальт (II). Лужні та лужноземельні метали не впливають на правильність визначення за концентрацій до  $1000 \text{ мг/л}$ . З ферозіном може вступати у взаємодію багато важких металів, що перешкоджає його реакції з залізом, але цей вплив можна усунути додаванням у розчин надлишку ферозину [2].

У разі застосування ферозінового методу визначення домішок заліза проби випробних речовин зважують з точністю до  $0,0001 \text{ г}$ .

**A.2** Для випробування використовують:

- спектрофотометр будь-якого типу;
- еталонний стандартний розчин з масовою концентрацією заліза  $1 \text{ мкг/см}^3$ ;
- розчин, який містить барвник ферозін (3-(2-піридил)-5,6-біс(4-фенілсульфонова кислота)-1,2,4-тріазин, натрієва сіль, моногідрат), буферний розчин та відновник;
- колбу мірну місткістю  $50 \text{ см}^3$ ;
- піпетки місткістю  $1, 2, 5, 10$  та  $25 \text{ см}^3$  будь-якого виконання;
- дистильовану воду;

- соляну кислоту;
- папір індикаторний будь-якого типу.

Примітка А.1. Еталонний стандартний розчин заліза зазначеної концентрації готують у такий спосіб. Розчиняють 0,1000 г залізного дроту в 10 см<sup>3</sup> розведеної соляної кислоти (кислоту соляну розводять водою у співвідношенні 1 : 1) та 1 см<sup>3</sup> води, насиченої бромом (змішують 400 см<sup>3</sup> води та 20 см<sup>3</sup> бром). Розчин кип'ятять до видалення бром. Додають 200 см<sup>3</sup> соляної кислоти, охолоджують розчин до температури (20 ± 5) °С, переносять його в мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup> та доводять об'єм розчину до позначки водою. Переносять 10 см<sup>3</sup> отриманого розчину в мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup> та доводять об'єм розчину в цій колбі до позначки водою. Дозволено готувати еталонний стандартний розчин заліза розведенням 1,00 см<sup>3</sup> готового вихідного розчину з масовою концентрацією заліза 1 мг/дм<sup>3</sup> до об'єму 1 дм<sup>3</sup> водою в мірній колбі.

Примітка А.2. В Україні використовують залізо кваліфікації «о. с. ч.», соляну кислоту згідно з ГОСТ 3118, бром згідно з ГОСТ 4109 та воду класу 1 або 2 згідно з ДСТУ ISO 3696.

**А.3** У чисті, висушені мірні колби зі скляними пробками піпеткою вносять по 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 та 10,0 см<sup>3</sup> еталонного стандартного розчину заліза, додаючи по 20 см<sup>3</sup> води. У цих колбах буде міститися відповідно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 та 10,0 мкг заліза.

У кожен колбу додають по 2,0 см<sup>3</sup> розчину, що містить ферозін, та доводять об'єм розчину в колбах до позначки водою. Закорковують колби та перемішують розчини. Готують контрольний розчин, додаючи в чисту, висушену мірну колбу 2,0 см<sup>3</sup> розчину, що містить ферозін, та воду до позначки.

Витримують розчини упродовж 5—10 хв до утворення пурпурового забарвлення.

Вимірюють оптичну густину кожного градувального розчину, використовуючи спектрофотометр на довжині хвилі 560 нм, відносно контрольного розчину. Використовують кювети з товщиною світлопоглинального шару 50 мм.

За результатами вимірювання будують графік градувальної характеристики, відкладаючи на осі абсцис масу заліза в мікрограмах, а на осі ординат — відповідні значення оптичної густини.

Примітка А.3. Якщо застосують кювети з іншою товщиною шару, що поглинає світло, масу заліза у пробі та кількість реактивів відповідно змінюють.

**А.4** У чисту, висушену мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup> зі скляною пробкою вносять пробу випробної речовини, яка містить від 0,05 мкг до 10 мкг заліза. Для визначення впливу випробного матеріалу або наявних у ньому домішок інших речовин на результати аналізування потрібно виконати попередні дослідження. Додають воду в кількості, достатній для розчинення проби, але так, щоб об'єм рідини в колбі не перевищував 40 см<sup>3</sup>.

Для приготування контрольного розчину в іншу чисту, висушену мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup> зі скляною пробкою додають 20 см<sup>3</sup> води.

Примітка А.4. Для аналізування кількох зразків можна використовувати один контрольний розчин.

У кожен з мірних колб додають по 2,0 см<sup>3</sup> розчину реактиву ферозину. Колби закорковують та перемішують розчини. У кожній колбі доводять об'єм розчину до позначки водою, закорковують колби та перемішують розчини. Значення рН отриманого розчину має становити від 4 до 9 (рН визначають згідно з приміткою 2 до 5.4.3).

Витримують розчини упродовж 5 хв за температури (20 ± 3) °С до утворення пурпурового забарвлення.

Вимірюють оптичну густину випробного розчину, використовуючи спектрофотометр на довжині хвилі 560 нм, відносно контрольного розчину. Використовують кювети з товщиною світлопоглинального шару 50 мм.

Визначають масу заліза у пробі випробної речовини, використовуючи графік градувальної характеристики.

**А.5** Збіжність результатів за умови застосування методу одним виконавцем має такі характеристики.

Збіжність результатів двох визначень за ймовірності 95 % становить 0,003 мкг/г. Експериментальний середній квадратичний відхил результатів одного визначення за кількості ступенів свободи 10 становить 0,001 мкг/г.

Результати двох паралельних визначень, які не перевищують 0,05 мкг/г і абсолютна різниця між якими не перевищує 0,004 мкг/г, може бути усереднено. Границі довірчого інтервалу отриманих середніх арифметичних значень становлять ± 0,004 мкг/г за ймовірності 95 %.

Результати двох паралельних визначень, які перевищують 0,05 мкг/г і відносна різниця між якими не перевищує 7 %, може бути усереднено. Границі довірчого інтервалу отриманих середніх арифметичних значень становлять ± 7 % за ймовірності 95 %.

ДОДАТОК Б  
(довідковий)

## БІБЛІОГРАФІЯ

1 ASTM D 891–95 Standard Test Method for Iron in Trace Quantities Using the FerroZine Method (Стандартний метод визначення слідових кількостей заліза ферозиним методом).

2 L. L. Stookey. FerroZine — A New Spectrophotometric Reagent for Iron. (Ферозин — новий реагент для спектрофотометричного визначення заліза). Analytical Chemistry, Vol 42, No. 7, June 1970, pp. 779—781.

3 ТУ 6-09-40-2472–87 Индикатор орто-фенантролин. Технические условия (Індикатор орто-фенантролін. Технічні умови).

---

Код УКНД 71.040.30

**Ключові слова:** батофенантроліновий метод, 2-2'-дипіридиловий метод, залізо, роданідний метод, сульфосаліциловий метод, фенантроліновий метод, ферозиним метод, хімічний аналіз.

---

Редактор **О. Ніколаєнко**  
Технічний редактор **О. Марченко**  
Коректор **І. Недогарко**  
Верстальник **Т. Неділько**

---

Підписано до друку 24.04.2013. Формат 60 x 84 1/8.  
Ум. друк арк. 2,32. Зам. *709* Ціна договірна.

---

Виконавець

Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр  
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)  
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру  
видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647