

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЧЕВИНА (КАРБАМИД) ТЕХНИЧЕСКАЯ.

Определение содержания железа.
Фотометрический метод с применением 2,2'-бипиридила

Urea for industrial use.
Determination of iron content.
Photometric method with use of 2,2'-bipyridyl

Дата введения 1994—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод с использованием 2,2'-бипиридила для определения содержания железа в мочевины (карбамиде), если его массовая доля превышает или равна 0,00005 %.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия
- ГОСТ 2081—92 Карбамид. Технические условия
- ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная серно-кислая (соль Мора). Технические условия
- ГОСТ 4223—75 Калий сернистый кислый. Технические условия
- ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
 ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые.
 Технические условия

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на прокаливании вещества при температуре 800°C, плавлении осадка с добавкой безводного кислого сернокислого калия, растворении в соляной кислоте, восстановлении трехвалентного железа с помощью гидрохлорида гидроксиламина с последующим образованием комплекса двухвалентного железа с 2,2'-бипиридилем в присутствии буферного раствора (рН 4,5—6) и фотометрированием окрашенного раствора при длине волны 522 нм.

4 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

5 РЕАКТИВЫ

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Калий сернокислый кислый безводный по ГОСТ 4223.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации приблизительно $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³ (1 н.).

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор концентрации 100 г/дм³.

Растворяют 10,00 г гидроксиламина гидрохлорида ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) в воде и разбавляют до 100 см³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор концентрации 300 г/дм³. Растворяют 30,00 г уксуснокислого аммония ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) в воде и разбавляют до 100 см³ водой.

2,2'-бипиридил, раствор концентрации 10 г/дм³ в соляной кислоте.

Растворяют 1,0000 г 2,2'-бипиридила в 10 см³ раствора соляной кислоты и разбавляют до 100 см³ водой.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208. Эталонный раствор с содержанием железа 2,00 г/дм³.

7,022 г соли Мора $\text{FeSO}_4 (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ помещают в стакан, добавляют 50 см³ раствора серной кислоты концентрации

100 г/дм³ и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ эталонного раствора содержит 2,00 мг железа.

Эталонный раствор с содержанием железа 0,20 г/дм³.

50,0 см³ эталонного раствора с содержанием железа 2,00 г/дм³ переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм³ и разбавляют водой до метки.

1 см³ этого эталонного раствора содержит 0,20 мг железа.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

Эталонный раствор с содержанием железа 0,010 г/дм³.

50,0 см³ эталонного раствора с содержанием железа 0,20 г/дм³ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют до метки.

1 см³ этого эталонного раствора содержит 0,010 мг железа.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

6 АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и

Плоскодонный платиновый тигель около 50 мм диаметром и 25 мм высотой.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кюветы толщиной слоя 10 мм.

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 и типа ВЛР-1000.

Набор гирь Г-2—210 и Г-3—1110 по ГОСТ 7328.

Колбы 1(2)—1000—2, 1(2)—500—2, 1(2)—100—2, 1(2)—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1, 2 и 5 см³.

Бюретка вместимостью 50 см³.

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

7.1 Взвешивают (100±0,1) г карбамида.

7.2 Контрольный опыт

Параллельно проводят контрольный опыт по той же методике и с теми же количествами реактивов, что и при определении.

7.3 Построение градуировочного графика

7.3.1. *Приготовление растворов сравнения для фотометрических измерений*

В 11 мерных колб вместимостью 100 см³ переносят соответствующие объемы эталонного раствора железа, указанные в таблице.

В каждую колбу добавляют количество воды, необходимое для того, чтобы довести объем до 50 см³, затем добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты и 2 см³ раствора гидрохлорида гидроксил-амин, перемешивая после каждого добавления. Оставляют колбы в покое в течение 5 мин, затем добавляют 5 см³ раствора уксусно-кислого аммония и 1 см³ раствора 2,2'-бипиридила. Разбавляют до метки, тщательно перемешивают и оставляют в покое на 10 мин.

Таблица

Объем эталонного раствора с содержанием железа 0,010 г/дм ³ , см ³	Масса железа, мкг
0*	0
5,0	50
10,0	100
15,0	150
20,0	200
25,0	250
30,0	300
35,0	350
40,0	400
45,0	450
50,0	500

* Компенсирующий раствор.

7.3.2 Фотометрическое измерение

Проводят фотометрические измерения на спектрофотометре при длине волны 522 нм или фотоэлектроколориметре с соответствующим светофильтром, установив прибор на нулевое поглощение по компенсирующему раствору.

Строят график, откладывая по оси абсцисс содержание железа в микрограммах на 100 см³ колориметрируемого раствора, а по оси ординат — соответствующее значение поглощения.

7.4 Проведение анализа

Нагревают тигель над небольшим пламенем и помещают в него часть пробы.

После расплавления добавляют небольшими порциями вставшую часть пробы, ожидая после каждого добавления расплавления продукта.

После получения твердой серой массы помещают тигель, содержащий вещество, в электрическую печь при температуре 300 °С. Постепенно повышая температуру до 800 °С, продолжают нагревать до полного прокалывания осадка. Извлекают тигель из печи и охлаждают его. Добавляют в тигель (1±0,01) г кислого сернокислого калия и расплавляют над пламенем. Выдерживают плав в течение 10 мин и затем охлаждают. Растворяют плав, слег-

ка подогреть, в 2 см³ раствора соляной кислоты и 10 см³ воды. Полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, при необходимости отфильтровывая, разбавляют до метки и перемешивают.

Переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ аликвотную часть анализируемого раствора, содержащую 50—500 мкг Fe.

При необходимости разбавляют до 50 см³ и последовательно добавляют, перемешивая после каждого добавления, 2 см³ раствора соляной кислоты и 2 см³ раствора гидрохлорида гидроксил-аминна. Оставляют в покое на 5 мин, затем добавляют 5 см³ раствора уксуснокислого аммония и 1 см³ раствора 2,2'-бипиридила. Разбавляют до метки, перемешивают и оставляют в покое на 10 мин.

Проводят фотометрические измерения анализируемого раствора и раствора контрольного опыта, следуя методике анализа, приведенной в 7.3.2, предварительно отрегулировав прибор на нулевое поглощение по отношению к воде.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По градуировочному графику определяют массу железа, соответствующую результату фотометрических измерений.

Массовую долю железа в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{(m_1 - m_2) \cdot D \cdot 100}{m_0}$$

где m_1 — масса железа, найденная в аликвоте анализируемого раствора, г;

m_2 — масса железа, найденная в соответствующей аликвоте раствора контрольного опыта, г;

D — отношение объема анализируемого раствора к объему аликвоты, взятой для анализа;

m_0 — масса навески карбамида, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,00003 % при содержании железа от 0,00005 до 0,00015 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

УДК 661.717.5.001.4:006.354

Л19

Ключевые слова: мочевины, химический анализ, определение содержания, железо, фотометрия