УДК 669.4 : 546.19.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

Метод определения мышьяка

Lead.
Method for the determination of arsenic

ГОСТ 20580.5—80*

(СТ СЭВ 910—78)

ОКСТУ 1725

Взамен ГОСТ 20580.5—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 мышьяка от 0,0002 до 0,1% в свинце (99,992—99,5%).

Метод основан на взаимодействии пятивалентного мышьяка с анионом молибдата и получении мышьяковомолибденовой кислоты, которую экстрагируют смесью бутилового спирта и эфира. Мышьяковомолибденовая кислота восстанавливается в органическом экстракте двухлористым оловом до молибденовой сини и полученный органический раствор фотометрируют в области длин волн 610—700 нм. Для получения мышьяковомолибденовой кислоты и ее полного экстрагирования необходимо, чтобы в растворе концентрация соляной кислоты была 0,6—1,2 моль/дм³.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 910—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Правильность получаемых результатов анализа контролируется одновременным определением массовой доли мышьяка в соответствующем СО свинца № 1591—79—1594—79.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4—84).*

gost.e-ecolog.ru

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 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствора с (HCl) = = 1,5 моль/дм³ и с (HCl) = 1 моль/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931—74, 1,5%-ный раствор.

Спирт вторичный бутиловый.

Эфир этиловый.

Смесь экстракционная: вторичный бутиловый спирт смешивают с эфиром в соотношении 2 : 1.

Олово (II) хлористое по ГОСТ 36—78, 0,2%-ный раствор в растворе соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, свежеприготовленный.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64, 0,5%-ный раствор.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74, раствор с $\left(\frac{1}{6}KBrO_3\right)$ = 0,05 моль/дм³ (приблизительно).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 2%-ный раствор.

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973—77.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,132 г мышьяковистого ангидрида растворяют в 20 см³ раствора гидроокиси натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, подкисляют соляной кислотой, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: к 5 см³ раствора А прибавляют 1 см³ соляной кислоты, 1 каплю раствора метилового оранжевого, нагревают до 60—70°С и прибавляют по каплям раствор бромноватокислого калия до исчезновения цвета метилового оранжевого. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают до комнатной температуры, доливают до метки раствором соляной кислоты концентрации 1,5 моль/дм³ и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг мышьяка.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В зависимости от ожидаемой массовой доли мышьяка берут навеску, масса которой указана в табл. 1.

Навеску свинца растворяют в 20 или 10 см³ азотной кислоты (1 : 2) и нагревают до удаления окислов азота. Полученный раствор нейтрализуют водным аммиаком до получения осадка гидроокиси свинца, не исчезающего при перемешивании, и прибавляют по кап-

Таблица 1

Массовая доля мышьяка, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,0002 до 0,001	5	20
Св. 0,001 » 0,003	5	10
» 0,003 » 0,005	2	10
» 0,005 » 0,01	1	10
» 0,01 » 0,05	1	3
» 0,05 » 0,1	0,5	2

лям азотную кислоту до растворения осадка. Приливают 12 см³ соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан.

Для анализа отбирают в стакан аликвотную часть раствора (табл. 1), содержащую от 2 до 15 мкг мышьяка, прибавляют 1 каплю раствора метилового оранжевого, нагревают до 60—70°С и приливают по каплям раствор бромноватокислого калия до исчезновения цвета метилового оранжевого. Раствор охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³. Если объем раствора меньше 20 см³, приливают раствор соляной кислоты концентрации 1,5 моль/дм³ до 20 см³. Прибавляют 10 см³ раствора молибденовокислого натрия, перемешивают и взбалтывают с 10 см³ экстракционной смеси в течение 20 с. Экстракцию повторяют с 10 см³ смеси. Оба органических экстракта объединяют в другой делительной воронке вместимостью 100 см³ и промывают 2 раза путем многократного перемешивания с 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ для удаления лишнего молибденовокислого натрия. К промытому органическому экстракту приливают 10 см³ раствора хлористого олова (II) и перемешивают несколько раз. После расслоения фаз нижний водный слой отбрасывают, а верхний органический слой, окрашенный в синий цвет, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. Делительную воронку ополаскивают 2 см³ экстракционной смеси, собирая промывную смесь в ту же мерную колбу. Разбавляют объем до метки экстракционной смесью и перемешивают.

Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр (для отделения капелек влаги) в соответствующую кювету и через 15 мин, отсчитывая время от прибавления раствора хлористого олова, измеряют оптическую плотность раствора в области длин волн 650—670 нм. Раствором сравнения служит экстракционная смесь. Одновременно проводят контрольные опыты со всеми реактивами и растворами, применяемыми при выполнении определения и при

тех же условиях. Количество мышьяка в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в семь делительных воронок помещают по 10 см³ 1,5 н. раствора соляной кислоты и в шесть из семи воронок приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора Б. Седьмая воронка служит для проведения контрольного опыта. Во всех воронках разбавляют объем до 20 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1,5 моль/дм³, прибавляют 10 см³ раствора молибденовокислого натрия и далее поступают как указано в п. 3.1.

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

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где m_1 — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см³;

m — масса навески свинца, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

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

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,001	0,0001
Св. 0,001 » 0,003	0,0003
» 0,003 » 0,005	0,0004
» 0,005 » 0,01	0,0008
» 0,01 » 0,03	0,002
» 0,03 » 0,05	0,004
» 0,05 » 0,1	0,008

Изменение № 2 ГОСТ 20580.5—80 Свинец. Метод определения мышьяка

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 заменить код: ОКСТУ 1725 на ОКСТУ 1709.

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

Пункт 1.2 исключить.

Раздел 2. Пятый абзац. Заменить слова: «1,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 15 г/дм³»;

шестой абзац дополнить ссылкой: «по ТУ 6—09—4620—78»;

заменить слова: «по ГОСТ 36—78, 0,2 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—5384—88, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³»; «по ГОСТ 10816—64, 0,5 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—5171—84, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³»;

двенадцатый, тринадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Оксид мышьяка (III) по ГОСТ 1973—77»;

Раствор А. Заменить слова: «мышьяковистого ангидрида» на «оксида мышьяка (III)», «гидроокиси натрия» на «гидроксида натрия».

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

второй абзац. Заменить слова: «окислов азота» на «оксидов азота», «гидроокиси свинца» на «гидроксида свинца».

Пункт 3.2. Заменить слова: «1,5 н. раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты 1,5 моль/дм³».

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 мышьяка, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,0002 до 0,0008 включ.	0,0001	0,0001
Св. 0,0008 » 0,0030 »	0,0003	0,0004
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0006	0,0008
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	0,0013

Продолжение табл. 2

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
Св. 0,010 до 0,030 включ.	0,002	0,003
» 0,030 » 0,050 »	0,003	0,004
» 0,050 » 0,100 »	0,005	0,006

(ИУС № 11 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru