УДК 669.168.28.001.4 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Метод определения содержания мышьяка

Ferromolybdenum. Method for the determination of arsenic content

ГОСТ 13151.11—77

Взамен ГОСТ 13151.11—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 декабря 1977 г. № 3005 срок действия установлен

с 01.01. 1979 г.
до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения содержания мышьяка (при массовой доле мышьяка от 0,005 до 0,05%).

Метод основан на образовании мышьяково-молибденовой кислоты и последующем восстановлении ее в хлорнокислой среде сернокислым гидразином до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на спектрофотометре при $\lambda_{опт}$ 840 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 590—670 нм. Мышьяк предварительно отделяют от мешающих элементов отгонкой в виде треххлористого мышьяка из 3,5 н. раствора соляной кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75 со следующим дополнением.

1.2. Пробы отбирают по ГОСТ 20279—74 или другими методами, обеспечивающими точность отбора, указанную в этом стандарте.

1.3. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Прибор для отгонки мышьяка по ГОСТ 14204—69 или иной конструкции.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 2 : 3 и 1 : 3.

Кислота хлорная, 57%-ный раствор.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—72, перекристаллизованный из спиртового раствора. Перекристаллизацию производят следующим образом: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 мл воды при нагревании до 80°С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 мл этилового спирта, перемешивают и через 1 ч осадок под вакуумом отфильтровывают на фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74 и 0,15%-ный раствор.

Смесь хлорномолибдатная; готовят следующим образом: 5 г молибдата аммония растворяют в 100 мл воды при нагревании и охлаждают. В стакан вместимостью 1 л вливают 500 мл воды, добавляют 230 мл хлорной кислоты плотностью 1,51 г/см^3, перемешивают и постепенно (при взбалтывании) вводят раствор молибдата аммония. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают. Реактив содержит приблизительно 0,4% трехокиси молибдена в 2 н. растворе хлорной кислоты.

Гидроокись натрия (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, 5%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,132 г трехокиси мышьяка растворяют в 5 мл 5%-ного раствора гидроокиси натрия, разбавляют водой до 200 мл и прибавляют серную кислоту, разбавленную 1 : 1, до нейтральной реакции по лакмусу. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,0001 г мышьяка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,00001 г мышьяка.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески ферромолибдена определяют в зависимости от содержания мышьяка по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля мышьяка, %	Масса навески ферромолибдена, г
От 0,005 до 0,010	0,50
Св. 0,010 » 0,020	0,25
» 0,020 » 0,050	0,10

Навеску ферромолибдена помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 30 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 3, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески со стакана снимают часовое стекло, которое предварительно обмывают небольшим количеством воды, приливают 10 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до появления паров серной кислоты.

Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. После охлаждения раствора приливают 15 мл соляной кислоты и 50 мл воды. Раствор количественно переносят в дистилляционную колбу, стакан ополаскивают 10 мл соляной кислоты, присоединяя ее к основному раствору. В дистилляционную колбу прибавляют 0,5 г бромистого калия, 0,5 г сернокислого гидразина и медленно отгоняют хлористый мышьяк. Дистиллят собирают в стакан-приемник, куда предварительно вливают 50 мл воды. Отгонку продолжают до тех пор, пока в приемник не перейдет $^2/_3$ первоначального объема раствора.

Дистиллят переносят в стакан вместимостью 300 мл. Стенки приемника ополаскивают 15 мл азотной кислоты, разбавленной 2 : 3. Небольшим количеством воды ополаскивают барботер, собирая промывную жидкость в тот же стакан. Раствор выпаривают досуха (при слабом нагревании), а затем выдерживают в сушильном шкафу при 130±10°С в течение 30—40 мин. К сухому остатку прибавляют 20 мл хлорномолибдатной смеси и 1 мл раствора сернокислого гидразина, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают раствор на кипящей водяной бане в течение 15—20 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, ополаскивают стенки стаканов хлорномолибдатной смесью, доливают этой же смесью до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при $\lambda_{опт}$ 840 нм или фотоэлектроколориметре в области

светопропускания 590—670 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Содержание мышьяка находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.2. Построение градуировочного графика

В пять стаканов вместимостью по 50 мл помещают 1, 2, 3, 4 и 6 мл стандартного раствора Б. Шестой стакан, не содержащий стандартного раствора Б, служит для проведения контрольного опыта на содержание мышьяка в реактивах. Прибавляют в каждый стакан по 15 мл азотной кислоты, разбавленной 2:3, выпаривают растворы почти досуха и выдерживают в сушильном шкафу при 130±10°С в течение 30—40 мин. Далее анализ ведут как указано в п. 3.1. По найденным значениям оптических плотностей строят гардуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_1 — масса навески, г.

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

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,008	0,003
Св. 0,008 „ 0,020	0,005
„ 0,020 „ 0,050	0,008

Изменение № 1 ГОСТ 13151.11—77 Ферромолибден. Метод определения содержания мышьяка

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 03.12.87 № 4366

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Вводная часть. Заменить слова: «из 3,5 н. раствора» на «из 3,5 моль/$дм^3$ раствора».

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 20279—74 на ГОСТ 26201—84, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

Раздел 2. Заменить слова и ссылку: «0,15 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1,5 г/$дм^3$»; «0,4 % трехокиси молибдена в 2 н. растворе» на «4 г/$дм^3$ трехокиси молибдена в 2 моль/$дм^3$ растворе»; «5%-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/$дм^3$»; ГОСТ 3765—72 на ГОСТ 3765—78; исключить слова: «плотностью 1,51 г/$см^3$» и «5 %-ного»;

одиннадцатый, двенадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 50 г/$дм^3$.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87».

Пункт 3.1. Последний абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массу».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,010 включ.	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,005
» 0,020 » 0,050 »	0,008

(ИУС № 2 1988 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 13151.2—77	Ферромолибден. Метод определения содержания вольфрама	1
ГОСТ 13151.3—77	Ферромолибден. Метод определения содержания углерода	5
ГОСТ 13151.6—77	Ферромолибден. Метод определения содержания фосфора	7
ГОСТ 13151.7—77	Ферромолибден. Метод определения содержания меди	13
ГОСТ 13151.8—77	Ферромолибден. Методы определения содержания цинка, свинца и висмута	16
ГОСТ 13151.9—77	Ферромолибден. Метод определения содержания олова	22
ГОСТ 13151.10—77	Ферромолибден. Метод определения содержания сурьмы	25
ГОСТ 13151.11—77	Ферромолибден. Метод определения содержания мышьяка	28

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *А. С. Черноусова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 04.01.78 Подп. в печ. 17.03.78 2,0 п. л. 2,03 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 10 коп.

Орденa «Знак Почета» Издательство стандартов Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 115