ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

ГОСТ 12645.5—77

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.872:546.19.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИНДИЙ

Методы определения мышьяка

Indium. Methods for determination of arsenic

ГОСТ 12645.5—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт устанавливает визуально-колориметрический метод определения мышьяка в индии при массовой доле мышьяка от $3 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ % и фотоколориметрический метод определения мышьяка при массовой доле мышьяка от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12645.0 и ГОСТ 22306.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЫШЬЯКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого мышьяково-молибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до молибденовой сини, интенсивность окраски которой в органическом слое сравнивается со шкалой эталонов.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Посуда кварцевая по ГОСТ 19908.

Цилиндры для фотометрирования с притертой пробкой высотой 18 см и диаметром 1 см.

Кислота азотная по ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и раствор c (H_2SO_4) = 3 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см^3 (проверка по ареометру обязательна), очищенная от мышьяка следующим образом: в 500 см^3 соляной кислоты растворяют 10 г йодистого калия по ГОСТ 4232. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1 дм^3, приливают 25 см^3 четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин, затем дают отстояться и сливают органический слой. Водный слой еще раз экстрагируют 25 см^3 четыреххлористого углерода. Органический слой отбрасывают. Кислота соляная, раствор c (HCl) = 9 моль/дм^3; готовят из очищенной от мышьяка соляной кислоты разбавлением водой 3 : 1.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор, содержащий 1,5 г/дм^3, и разбавленной 1 : 19 (5 см^3 раствора, содержащего 1,5 г/дм^3 гидразина, разбавляют до 100 см^3 водой). Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор, содержащий 10 г/дм^3 в растворе серной кислоты c (H_2SO_4) = 3 моль/дм^3.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,132 г мышьяковистого ангидрида растворяют при нагревании в 5—10 $см^3$ раствора гидроксида натрия, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, нейтрализуют по фенолфталеину раствором серной кислоты c (H_2SO_4) = 3 моль/$дм^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора Б содержит 10 мкг мышьяка.

Раствор В: 1 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки водой.

1 $см^3$ раствора В содержит 1 мкг мышьяка.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 дважды перегнанная в кварцевом аппарате.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор, содержащий 100 г/$дм^3$.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор, содержащий 1 г/$дм^3$.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску индия массой 0,500—1,000 г помещают в кварцевую колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и растворяют пробу на электрической плитке, покрытой кварцевым кожухом. Раствор выпаривают до 2—2,5 $см^3$, охлаждают, добавляют 2,4 $см^3$ воды, вновь охлаждают и растворяют соль в 7,8 $см^3$ очищенной соляной кислоты при перемешивании и охлаждении.

После охлаждения переводят раствор в делительную воронку вместимостью 75—100 $см^3$, обмывают стакан 2 $см^3$ раствора соляной кислоты c (HCl) = 9 моль/$дм^3$. Далее проводят экстракцию мышьяка 15 $см^3$ четыреххлористого углерода в течение 2 мин. Отстоявшийся органический слой сливают в другую делительную воронку. Экстракцию мышьяка повторяют и присоединяют органический слой к первому. Объединенные экстракты промывают 10 $см^3$ раствора соляной кислоты c (HCl) = 9 моль/$дм^3$, встряхивая 15—20 с.

Промытый экстракт сливают в другую делительную воронку, где встряхивают в течение 2 мин с 10 $см^3$ воды. При этом мышьяк переходит в водный слой. Водный слой сливают в кварцевую чашку вместимостью 30—50 $см^3$, прибавляют 3 $см^3$ азотной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха.

Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ воды при слабом подогреве на водяной бане, раствор переводят в цилиндр для колориметрирования высотой 18 см и диаметром 1 см с притертой пробкой. Чашку отмывают водой. Общий объем раствора в цилиндре должен быть 3 $см^3$.

Затем в цилиндр приливают 0,3 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, 0,15 $см^3$ раствора сернокислого гидразина (1,5 г/$дм^3$) и перемешивают. Цилиндр с испытуемым раствором погружают в стакан с кипящей водой и выдерживают 5 мин с момента закипания воды. Затем цилиндр быстро охлаждают, прибавляют 0,5 $см^3$ изоамилового спирта, взбалтывают 10 с и сравнивают (сбоку) окраску отстоявшегося спиртового слоя со шкалой сравнения. Одновременно в этих же условиях проводят контрольный опыт с реактивами для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

Количество мышьяка в колориметрируемом растворе устанавливают, сравнивая со шкалой сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3.2. *Приготовление шкалы сравнения*

В семь цилиндров для колориметрирования высотой 18 см и диаметром 1 см помещают 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1 $см^3$ стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1 мкг мышьяка, доводят объем водой до 3 $см^3$ и перемешивают. Приливают 0,3 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, 0,15 $см^3$ раствора сернокислого гидразина и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m \cdot 10000},$$

где m_1 — количество мышьяка в пробе, мкг;

m_2 — количество мышьяка в растворе контрольного опыта, мкг;

m — масса навески индия, г.

2.4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Разность между наибольшим и наименьшим из трех результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения $d_п$ трех результатов параллельных определений, рассчитанных по формулам:

$d_п = 0,5\,\bar{x}_п$ для массовой доли мышьяка от $3 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ %;

$d_п = 0,3\,\bar{x}_п$ для массовой доли мышьяка от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %,

где $\bar{x}_п$ — среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Разность между бо́льшим и меньшим из двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения $d_д$ двух результатов анализа, рассчитанных по формулам:

$d_д = 0,6\,\bar{x}_д$ — для массовой доли мышьяка от $3 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-5}$ %;

$d_д = 0,4\,\bar{x}_д$ — для массовой доли мышьяка от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %,

где $\bar{x}_д$ — среднее арифметическое двух сопоставимых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЫШЬЯКА

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого мышьяково-молибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до молибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного комплекса в области длин волн 660—680 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и раствор c (H_2SO_4) = 3 моль/дм³.

Титан треххлористый.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и раствор c (HCl) = 9 моль/дм³.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1 г/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор, содержащий 10 г/дм³ в растворе серной кислоты c (H_2SO_4) = 3 моль/дм³.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор, содержащий 1,5 г/дм³, и разбавленный 1 : 19 (5 см³ раствора, содержащего 1,5 г/дм³ гидразина, разбавляют до 100 см³ водой).

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,132 г мышьяковистого ангидрида растворяют при нагревании в 5—10 см³ раствора гидроксида натрия, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, нейтрализуют по фенолфталеину раствором серной кислоты c (H_2SO_4) = 3 моль/дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 10 мкг мышьяка.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом аппарате.

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор, содержащий 100 г/дм³.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор, содержащий 1 г/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску индия массой 0,200—2,000 г помещают в колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 10 см³ азотной кислоты, добавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до появления густых паров. После охлаждения стенки колбы обмывают небольшим количеством воды и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. Охлажденный остаток растворяют в 15 см³ воды, прибавляют к нему по каплям раствор треххлористого титана до сиреневого цвета раствора и в избыток 0,2 см³. Испытуемый раствор помещают в делительную воронку вместимостью 150 см³, прибавляют к нему 45 см³ очищенной соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³, 20 см³

четыреххлористого углерода и проводят экстракцию мышьяка в течение 2 мин. Затем экстракту дают отстояться, после чего сливают органический слой в другую делительную воронку. Экстракцию повторяют. Объединенные экстракты промывают 10 см³ раствора соляной кислоты c (HCl) = 9 моль/дм³, встряхивают 15—20 с. Промытый экстракт сливают в другую делительную воронку, где встряхивают в течение 2 мин с 10 см³ воды. При этом мышьяк переходит в водный слой. Извлечение мышьяка 10 см³ воды повторяют. Объединенные водные слои сливают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски раствора. Через 3 мин прибавляют 1 см³ раствора молибденовокислого аммония и нагревают до кипения. Затем прибавляют по каплям раствор гидразина (1,5 г/дм³) до обесцвечивания окраски марганцовокислого калия, вводят 2 см³ разбавленного 1 : 19 раствора гидразина и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 660—680 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит вода.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с реактивами для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

Количество мышьяка в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В конические колбы вместимостью по 25 см³ помещают 0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 2,5; 5; 10; 15 и 20 мкг мышьяка, приливают до 20 см³ воды и по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски раствора. Через 3 мин прибавляют 1 см³ раствора молибденовокислого аммония и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям мышьяка строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m_1 — количество мышьяка, найденное по градуировочному графику, мкг, за вычетом количества мышьяка, контрольного опыта;

m — масса навески индия, г.

3.4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Разность между наибольшим и наименьшим из трех результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения $d_п$ трех результатов параллельных определений, рассчитанного по формуле

$$d_п = 0,3\,\bar{x}_п,$$

где $\bar{x}_п$ — среднее арифметическое трех результатов параллельных определений.

Разность между бо́льшим и меньшим из двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения $d_д$ двух результатов анализа, рассчитанного по формуле

$$d_д = 0,4\,\bar{x}_д,$$

где $\bar{x}_д$ — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   А.П. Сычев, Л.К. Ларина (руководитель темы), **М.Г. Саюн** (руководитель темы), **В.Н. Макарцева, Н.С. Беленкова, Е.В. Лисицина, Н.А. Романенко, В.А. Колесникова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.07.77 № 1715**

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 12645—67 в части разд. 2**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1973—77	2.2, 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2
ГОСТ 3765—78	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4232—74	2.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 5830—79	2.2, 3.2
ГОСТ 5841—74	2.2, 3.2
ГОСТ 6709—72	2.2, 3.2
ГОСТ 11125—84	2.2
ГОСТ 12645.0—83	1.1
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 19908—90	2.2
ГОСТ 20490—75	3.2
ГОСТ 20288—74	2.2, 3.2
ГОСТ 22306—77	1.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (январь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1983 г., декабре 1987 г., июне 1996 г. (ИУС 5—83, 3—88, 9—96)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.02.98. Подписано в печать 01 04.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,63. Тираж 116 экз. С353. Зак. 236.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru