УДК 669.15'293-198 : 546.19.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения содержания мышьяка

ГОСТ 15933.15—70

Ferroniobium. Method for the determination of arsenic content

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 6/V 1970 г. № 626 срок введения установлен с 1/VII 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на феррониобий и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания мышьяка (при содержании мышьяка от 0,001 до 0,010%).

Метод основан на образовании молибденовой сини в результате взаимодействия пятивалентного мышьяка с молибденовокислым аммонием в присутствии восстановителей.

Мышьяк отделяют от сопутствующих элементов отгонкой в виде треххлористого мышьяка.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на феррониобий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0—70.

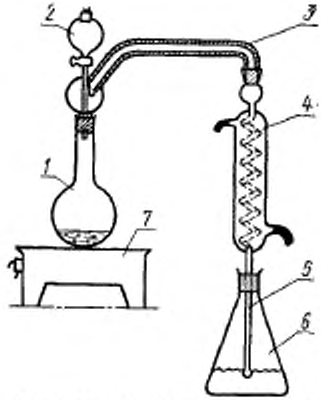
2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Аппарат для отгонки мышьяка (см. чертеж).

1491-93
16



gost.e-ecolog.ru



1—дистилляционная колба вместимостью 100 *мл*; 2—насадка с капельной воронкой; *3*—дефлегматор с соединительной трубкой; *4*—змеевиковый холодильник; *5*—барбатер; *6*—пробирка-приемник; *7*—электроплитка.

Платиновая чашка № 5 по ГОСТ 6563—58.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1 : 1, и 6 н раствор.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—65.

Гидразин солянокислый по ГОСТ 5856—65.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—65.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 40 и 5%-ный растворы.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор; готовят следующим образом: 1 *г* фенолфталеина растворяют в 600 *мл* этилового спирта и смешивают с 40 *мл* воды.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, 0,1%-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—64, 1%-ный свежеприготовленный раствор в 6 н растворе серной кислоты.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—68, 0,5%-ный свежеприготовленный водный раствор.

Натрий мышьяковистокислый, стандартные растворы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,132 *г* мышьяковистокислого ангидрида растворяют в 5 *мл* 5%-ного раствора

едкого натра в мерной колбе вместимостью 100 *мл*, прибавляют 30 *мл* воды, затем добавляют разбавленную 1 : 1 соляную кислоту до слабокислой реакции по лакмусу и доливают водой до метки.

1 *мл* раствора А содержит 1 *мг* мышьяка.

Раствор Б; готовят следующим образом; отбирают пипеткой 1 *мл* раствора А в мерную колбу вместимостью 100 *мл* и доливают до метки водой.

1 *мл* раствора Б содержит 0,01 *мг* мышьяка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, разбавленная 1 : 1.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску феррониобия 1 *г* помещают в платиновую чашку, смачивают водой, добавляют 5—7 *мл* фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, приливают 5 *мл* концентрированной азотной кислоты. Затем добавляют 10 *мл* разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают раствор до начала выделения паров серного ангидрида. После охлаждения обмывают стенки чашки 5—10 *мл* воды и снова выпаривают раствор до выделения паров серного ангидрида. После охлаждения осторожно приливают 15 *мл* концентрированной соляной кислоты и переносят содержимое чашки вместе с осадком в дистилляционную колбу вместимостью 100 *мл*. Стенки чашки обмывают 15 *мл* воды. В колбу добавляют 0,5 *г* бромистого калия, 0,5 *г* сернокислого или солянокислого гидразина, 4—6 шт. фарфоровых бусинок, закрывают колбу пробкой с отводной трубкой, соединенной с холодильником, ставят на плитку и отгоняют треххлористый мышьяк. Дистиллят собирают в колбу вместимостью 100 *мл*, в которую налито 10 *мл* воды и опущена отводная трубка холодильника. Отгонку продолжают до тех пор, пока в колбу-приемник не перейдет $^2/_3$ первоначального объема.

Полученный дистиллят нейтрализуют по фенолфталеину 40%-ным раствором едкого натра до малиновой окраски и затем подкисляют 6 н раствором серной кислоты до обесцвечивания. После охлаждения прибавляют по каплям 0,1%-ный раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски, неисчезающей в течение 1 *мин* прибавляют 4 *мл* молибденовокислого аммония и медленно, по каплям, приливают 0,5%-ный раствор хлористого олова до исчезновения розовой окраски марганцовокислого калия и 1 *мл* в избыток.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают до метки водой и через 30 *мин* измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (максимум светопропускания 640—700 *нм*), в кювете с толщиной слоя 50 *мм*.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

3.1. Построение калибровочного графика

В шесть стаканов или конических колб вместимостью по 100 *мл* приливают пипеткой или микробюреткой по 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 *мл* стандартного раствора Б, прибавляют по 10 *мл* воды и по каплям 0,1%-ный раствор марганцовокислого калия до неисчезающего в течение 1 *мин* розового окрашивания. Затем прибавляют по 4 *мл* молибденовокислого аммония и медленно, по каплям, 0,5%-ный раствор хлористого олова до исчезновения розовой окраски и 1 *мл* в избыток. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, как указано в разд. 3.

По найденным значениям оптической плотности с учетом поправки контрольного опыта и соответствующим им концентрациям мышьяка строят калибровочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание мышьяка (X) в процентах вычисляют по формулам:

при построении калибровочного графика

$$X = \frac{g \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где:

g — количество мышьяка, найденное по калибровочному графику, в *мг*;

G — навеска в *г*;

при сравнении со стандартным раствором мышьяка

$$X_1 = \frac{g(D - D_1) \cdot 100}{(D_2 - D_1) \cdot G},$$

где:

g — количество мышьяка в стандартном растворе в *г*;

D — оптическая плотность испытуемого раствора;

D_1 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

D_2 — оптическая плотность стандартного раствора;

G — навеска пробы в *г*.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание мышьяка в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,001 до 0,003	0,00050
Св. 0,003 „ 0,005	0,001
„ 0,005 „ 0,010	0,002

gost.e-ecolog.ru