ГОСТ 30621—98
(ИСО 2590—73, ИСО 5785—78)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА СОЛЯНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение содержания мышьяка фотометрическим методом с применением диэтилдитиокарбамата серебра

Издание официальное

БЗ 5—2002

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Киевский научно-исследовательский институт «СИНТЕКО» с опытным заводом»

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14 от 12 ноября 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт содержит полный аутентичный текст международных стандартов ИСО 2590—73 «Общий метод определения содержания мышьяка. Фотометрический метод с применением диэтилдитиокарбамата серебра» и ИСО 5785—78 «Кислота соляная техническая. Определение содержания мышьяка. Фотометрический метод с применением диэтилдитиокарбамата серебра», кроме раздела 2, с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны, которые в тексте выделены курсивом

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 5 апреля 2002 г. № 134-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30621—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2002 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА СОЛЯНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение содержания мышьяка фотометрическим методом с применением диэтилдитиокарбамата серебра

Hydrochloric acid for industrial use.
Determination of arsenic content by silver diethyldithiocarbamate photometric method

Дата введения с 2002—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания мышьяка с применением диэтилдитиокарбамата серебра в технической соляной кислоте.

Диапазон измерений массовых долей мышьяка — от 0,5 · 10^{-4} % до 4,0 · 10^{-4} %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1027—67 Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 13647—78 Пиридин. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Сущность метода

Метод основан на восстановлении мышьяка цинком в среде соляной кислоты с образованием арсина, который взаимодействует с раствором диэтилдитиокарбамата серебра в пиридине, с дальнейшим фотометрическим измерением интенсивности пурпурно-красного цвета, который дает коллоидная дисперсия серебра, на максимуме абсорбционной кривой поглощения [длина волны (540 ± 10 нм)].

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

Примечание — Реакция образования коллоидного серебра:

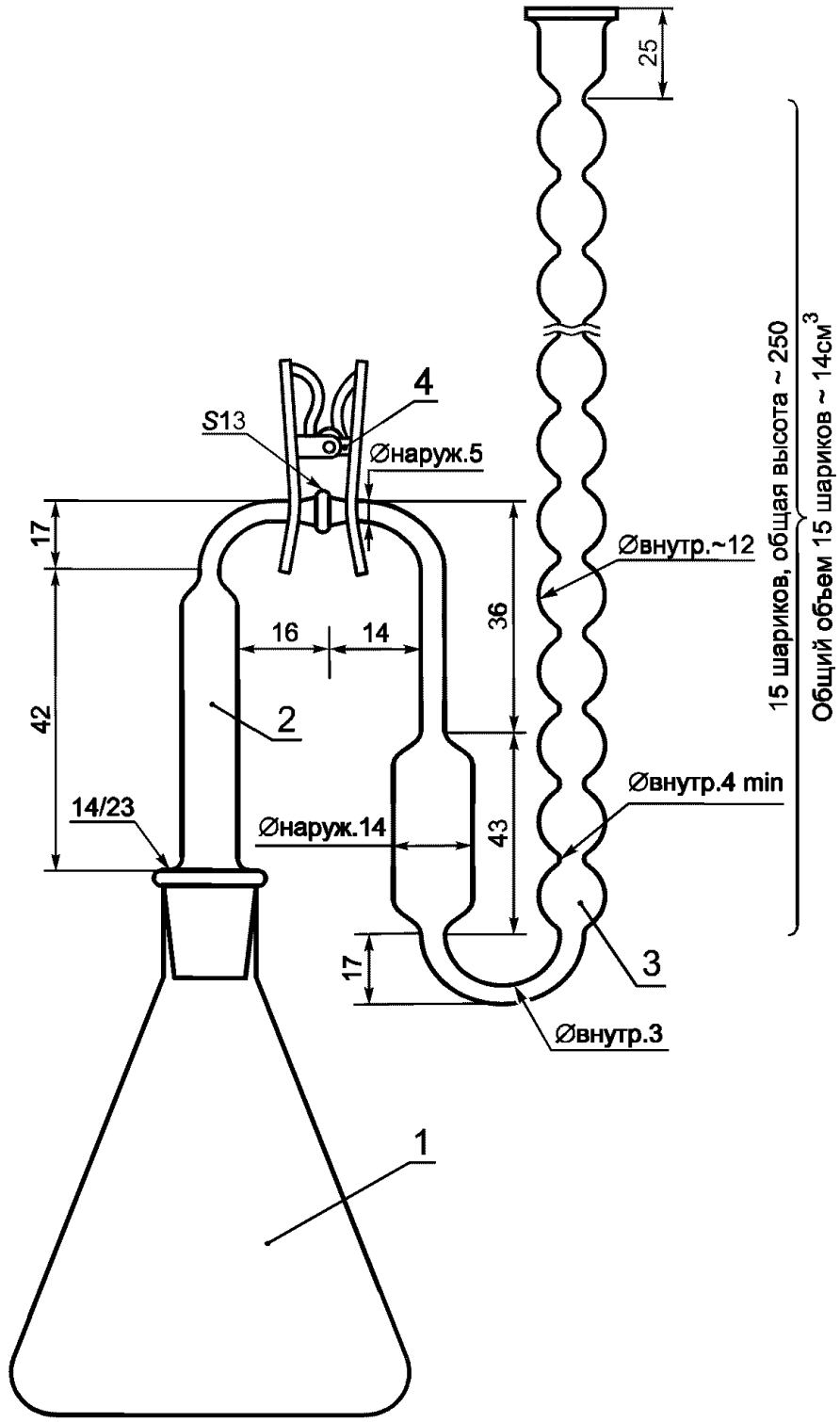
$$AsH_3 + 6Ag\ (ДДТК)^* = 6Ag + 3H\ (ДДТК)_3.$$

4 Аппаратура, реактивы

Колориметр фотоэлектрический типа КФК или другого типа, обеспечивающий заданную чувствительность и точность.

Весы лабораторные общего назначения 2-го и 4-го классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 500 г соответственно.

Прибор стеклянный для отгонки и поглощения мышьяка (рисунок 1).



1 — реакционный сосуд; *2* — соединительная трубка; *3* — абсорбционный сосуд; *4* — предохранительные зажимы

Рисунок 1 — Стеклянный прибор для отгонки и поглощения мышьяка

* ДДТК — диэтилдитиокарбамат серебра.

Пробирки с пришлифованными пробками вместимостью 5 $см^3$ *по ГОСТ 25336.*

Колбы мерные *2-100 (200, 1000)-2 по ГОСТ 1770.*

Пипетки *по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.*

Цилиндры *1,3-25, 50, 100 по ГОСТ 1770.*

Колбы *Кн-2-250-29/32 по ГОСТ 25336.*

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а., раствор примерно 38 % [с (HCl) = 12 моль/$дм^3$ (~ 12 н.)].

Раствор мышьяка массовой концентрации 1 $мг/см^3$; *готовят по ГОСТ 4212.*

Диэтилдитиокарбамат серебра, раствор в пиридине концентрации 5 $г/дм^3$; *готовят по ГОСТ 4517 или следующим образом: 1 г диэтилдитиокарбамата серебра помещают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, добавляют 100 — 150 $см^3$ пиридина, перемешивают до полного растворения соли и доводят пиридином до метки.* Раствор хранят в плотно закрытой бутылке из темного стекла в защищенном от света месте не более двух недель.

Калий йодистый *по ГОСТ 4232, ч.д.а. или х.ч., раствор молярной концентрации 150 $г/дм^3$; готовят: 15 г йодистого калия растворяют в небольшом количестве воды, доводят дистиллированной водой до 100 $см^3$ и тщательно перемешивают.*

Олово двухлористое 2-водное, *ч.д.а., по утвержденному нормативному документу,* раствор в соляной кислоте; *готовят: 40 г двухлористого олова растворяют в 100 $см^3$ соляной кислоты.*

Свинец уксуснокислый *по ГОСТ 1027; готовят: 10 г уксуснокислого свинца растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды.* Этим раствором пропитывают хлопковую вату, удаляют избыточный раствор и, дав ему стечь, высушивают вату в вакууме или на воздухе при комнатной температуре. *Хранят вату в плотно закрытой банке до 6 мес.*

Цинк гранулированный (без мышьяка) *по утвержденному нормативному документу;* размер гранул 0,5 — 1 мм или любая другая форма цинка, которая даст эквивалентные результаты в условиях опыта.

Пиридин *по ГОСТ 13647, ч.д.а.*

Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709.*

Вата хлопковая (поглотительная, насыщенная уксуснокислым свинцом).

Фильтры бумажные *ФОМ («синяя лента»).*

Бумага индикаторная универсальная.

Примечание — Все стеклянные емкости, применяемые при анализе, промывают горячей концентрированной серной кислотой с соблюдением необходимых мер предосторожности, затем тщательно промывают водой и полностью высушивают.

5 Подготовка к выполнению измерений

5.1 Приготовление раствора мышьяка массовой концентрации 2,50 $мкг/см^3$

Указанный раствор готовят разбавлением раствора мышьяка массовой концентрации 1 $мг/см^3$, приготовленного по ГОСТ 4212.

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ с помощью пипетки помещают 100 $см^3$ раствора мышьяка массовой концентрации 1 $мг/см^3$, доводят водой до метки и перемешивают — раствор А, содержащий 100 мкг мышьяка в 1 $см^3$.

В другую мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 2,5 $см^3$ раствора А, доводят водой до метки и перемешивают. Получают раствор мышьяка массовой концентрации 2,50 $мкг/см^3$.

5.2 Приготовление градуировочных растворов и построение градуировочного графика

5.2.1 Собирают шесть приборов для отгонки и поглощения мышьяка (рисунок 1).

5.2.2 В реакционные сосуды *1* этих приборов помещают 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 $см^3$ раствора мышьяка массовой концентрации 2,50 $мкг/см^3$, что соответствует 0,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 мкг мышьяка, доводят водой объем в каждом сосуде до 30 $см^3$, добавляют по 10 $см^3$ соляной кислоты, 2 $см^3$ раствора йодистого калия и 2 $см^3$ раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 15 мин для восстановления мышьяка до трехвалентного.

5.2.3 В соединительные трубки *2* приборов помещают немного хлопковой ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом, для поглощения сероводорода, который может выделяться вместе с арсином.

Стеклянные шлифы смазывают нерастворимой в пиридине смазкой, с помощью пипетки

помещают по 5 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата серебра в абсорбционные сосуды *3* и присоединяют их к соединительным трубкам с помощью предохранительных зажимов *4*.

В реакционные сосуды вносят по 5 г гранулированного цинка и сразу же герметично соединяют все части приборов.

Реакцию восстановления и поглощения арсина проводят в течение 45 мин, после чего отсоединяют абсорбционные сосуды, перемешивают их содержимое, образуя завихрение для растворения красного осадка, образовавшегося в нижней части, и выливают растворы в пробирки с пришлифованными пробками.

Цвет растворов стабилен при отсутствии света приблизительно 2 ч. Поэтому измерения проводят в течение этого времени.

Раствор, не содержащий мышьяка, — *контрольный раствор,* остальные растворы — *растворы сравнения.*

Затем каждый раствор переносят в кювету толщиной слоя 10 мм, закрывают кювету крышкой и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (540 ± 10) нм, применяя в качестве раствора сравнения раствор диэтилдитиокарбамата серебра.

5.2.4 Строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от массы мышьяка, откладывая по оси абсцисс значения масс мышьяка, введенного в градуировочные растворы (мкг), а по оси ординат — разность значений оптических плотностей растворов и оптической плотности компенсационного раствора.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднеарифметическое трех параллельных определений.

График должен иметь вид прямой линии.

Градуировочный график следует проверять по 2—3 точкам для каждого нового раствора диэтилдитиокарбамата серебра и новой партии цинка или при смене колориметра.

5.3 Приготовление анализируемого раствора

Анализируемый раствор готовят таким образом, чтобы его общий объем составлял 40 см^3 и чтобы в нем было от 1 до 20 мкг мышьяка и 10 см^3 раствора соляной кислоты. Кислотность этого раствора c (HCl) ≈ 3 моль/дм^3 (≈ 3 н.).

6 Проведение анализа

6.1 Взвешивают около 5,00 г анализируемой пробы. Результат взвешивания записывают до второго десятичного знака.

Навеску помещают в реакционный сосуд прибора (рисунок 1), добавляют 30 см^3 воды и 5 см^3 соляной кислоты; общий объем раствора не должен превышать 40 см^3. Полученный раствор должен иметь кислотность 2,5—3 моль/дм^3.

6.2 К анализируемому раствору, приготовленному по 6.1, добавляют 2 см^3 раствора йодистого калия и 2 см^3 раствора двухлористого олова, тщательно перемешивают и дают постоять 15 мин.

Далее поступают аналогично 5.2.3, применяя в качестве раствора сравнения контрольный раствор, приготовленный одновременно с анализируемой пробой.

По градуировочному графику определяют массу мышьяка, соответствующую оптической плотности анализируемого раствора.

7 Обработка результатов

Массовую долю мышьяка X, %, в анализируемой соляной кислоте вычисляют по формуле

$$X = \frac{m\,10^{-6} \cdot 100}{m_0} = \frac{m\,10^{-4}}{m_0}, \qquad (1)$$

где m — масса мышьяка в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_0 — масса навески анализируемой соляной кислоты, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 25 % среднего результата при P = 0,95.

Относительная суммарная погрешность определения составляет ± 30 %.

УДК 546.19:543.42:006.001.4:006.354 МКС 71.060.30 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: кислота соляная техническая, фотометрический метод, содержание мышьяка, диэтилдитиокарбамат серебра

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 10.07.2002. Подписано в печать 19.09.2002. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.
Тираж 232 экз. С 7332. Зак. 773.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru