УДК 669.292.3:546.19.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Метод определения мышьяка

Vanadium base alloys and alloying elements. Method for determination of arsenic

ГОСТ 26473.7—85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 751 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка (от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ %) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более	Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более
Алюминий	50	Молибден	25
Вольфрам	8	Ниобий	25
Железо	5	Титан	25
Кремний	1	Хром	40
Марганец	2,5	Цирконий	3

Метод основан на экстракционном отделении мышьяка от основы в виде AsI_3 с последующей реэкстракцией водой, на образовании в водной фазе восстановленной формы мышьяковомолибденовой гетерополикислоты и фотометрировании окраски раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Секундомер.

Воронки делительные вместимостью 50 и 100 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 25, 50 и 100 $см^3$.

Пипетки вместимостью 1 и 5 $см^3$ с делениями.

Пипетки вместимостью 5 и 10 $см^3$ без делений.

Микробюретка вместимостью 5 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 $см^3$.

Тигли стеклоуглеродные марки СУ-2000 вместимостью 50 $см^3$.

Стекла часовые диаметром 40 мм.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84 и разбавленная 1 : 1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Углерод четыреххлористый, ос. ч.

Калий йодистый, ос. ч, насыщенный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрацией 100 $г/дм^3$.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор концентрацией 50 $г/дм^3$.

Калий сурьмяновиннокислый, раствор концентрацией 3 $г/дм^3$.

Кислота аскорбиновая пищевая, раствор концентрацией 0,1 $моль/дм^3$: 1,76 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 $см^3$ воды. Смесь реактивов А (готовят перед употреблением): сливают 12 $см^3$ соляной кислоты, 15 $см^3$ молибдата аммония, 12 $см^3$ раствора сурьмяновиннокислого калия и 15 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и разбавляют водой до 100 $см^3$.

Натрий мышьяковокислый двузамещенный, $Na_2HAsO_4 \cdot 12\,H_2O$.

Стандартный раствор мышьяка (запасной), содержащий 1 $мг/см^3$ мышьяка (V): 0,420 г двузамещенного 12-водного мышьяковокислого натрия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают.

Раствор мышьяка (рабочий), содержащий 0,01 $мг/см^3$ (10 $мкг/см^3$) мышьяка (V), готовят в день употребления разбавлением запасного раствора водой в 100 раз.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г (при массовой доле мышьяка от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %) или 0,1 г (при массовой

доле мышьяка от $1 \cdot 10^{-2}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ %) помещают в стеклоуглеродный тигель и растворяют при осторожном нагревании в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, в 3 см³ фтористоводородной кислоты (при растворении лигатур, содержащих титан, хром, ниобий, вольфрам и цирконий) с 3 каплями раствора марганцовокислого калия. Полученный раствор упаривают на водяной бане досуха.

Остаток растворяют при нагревании в смеси 7 см³ концентрированной соляной кислоты и 5 см³ этилового спирта, накрыв чашку часовым стеклом. Раствор нагревают до получения ярко-синей окраски (в присутствии хрома цвет раствора ярко-зеленый), переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 15 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят до метки водой (основной раствор), который используют для определения фосфора по ГОСТ 26473.9—85.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В делительную воронку вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой аликвотную часть раствора (5 см³), содержащую 0,5—10 мкг мышьяка, приливают 10 см³ четыреххлористого углерода, 3 см³ насыщенного раствора йодистого калия, 40 см³ концентрированной соляной кислоты и встряхивают в течение 2 мин. Органическую фазу (нижний слой) переносят в делительную воронку вместимостью 50 см³, приливают 0,5 см³ насыщенного раствора йодистого калия, 9,5 см³ концентрированной соляной кислоты и встряхивают воронку в течение 5 с.

Органическую фазу (нижний слой) переносят в делительную воронку вместимостью 50 см³ и реэкстрагируют мышьяк 10 см³ воды в течение 1 мин.

Реэкстракт (верхний слой) переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ и добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивого ярко-малинового окрашивания. Через 5 мин добавляют раствор аскорбиновой кислоты до обесцвечивания раствора и 5 см³ смеси реактивов А. Объем раствора доводят до метки водой и через 30—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 630 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта.

Контрольный опыт на содержание мышьяка в реактивах проводят через все стадии анализа одновременно с анализом серии проб. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта, измеренное по отношению к воде, не должно превышать 0,05, в противном случае меняют реактивы.

Массу мышьяка находят по градуировочному графику.

4.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100 см³ приливают из микробюретки 0,05; 0,1; 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 см³ рабочего стандартного раствора мышьяка (V), что соответствует 0,5; 1; 5; 10; 15 и 20 мкг мышьяка. Приливают по 10 см³ четыреххлористого углерода и далее поступают так, как описано в п. 4.1, проводя измерение оптической плотности по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением стандартного раствора мышьяка.

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot 10^4},$$

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

V_1 — вместимость мерной колбы, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

5.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемое расхождение, %
$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$
$5 \cdot 10^{-3}$	$1{,}5 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-2}$

Изменение № 1 ГОСТ 26473.7—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод определения мышьяка

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 677

Дата введения 01.01.92

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(Продолжение см. с. 38)

gost.e-ecolog.ru

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 2»;

таблица 2. Графа «Массовая доля мышьяка, %». Заменить значения: $1 \cdot 10^{-3}$ на $10 \cdot 10^{-4}$; $5 \cdot 10^{-3}$ на $50 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-2}$ на $10 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-1}$ на $10 \cdot 10^{-2}$.

(ИУС № 8 1991 г.)