УДК 661.631.546.19.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

Метод определения мышьяка

ГОСТ 24024.10—81

Phosphorus and inorganic phosphorus compound.
Method of arsenicum determination

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на фосфор и неорганические соединения фосфора и устанавливает метод определения мышьяка.

Метод основан на восстановлении соединений мышьяка до арсина, взаимодействии арсина с раствором диэтилдитиокарбамата серебра в пиридине и фотометрическом измерении оптической плотности образовавшегося красного комплексного соединения при длине волны 540 нм.

Допускается проводить определение мышьяка методом визуальной колориметрии с применением бромно(хлорно)-ртутной бумаги или фотоколориметрическим методом с применением диметилформамида в качестве растворителя диэтилдитиокарбамата серебра.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации на конкретные виды продукции.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Прибор (см. чертеж), состоящий из конической колбы *А* вместимостью 100 $см^3$ со шлифом 14,5; соединительной трубки *В* для поглощения сероводорода, наполненной ватой, пропитанной раствором уксуснокислого свинца; поглотительного сосуда *С*, состоящего из 15 шаровых соединений общей высотой 250 мм и общим объемом приблизительно 14 $см^3$, или другой прибор.

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 или прибор другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Допускается применение других весов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Баня водяная лабораторная.

Бюретка по НТД вместимостью 25 $см^3$.

Пипетки по НТД вместимостью 1, 2, 5, 10, 20, 25 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 500, 1000 $см^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 2 моль/$дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

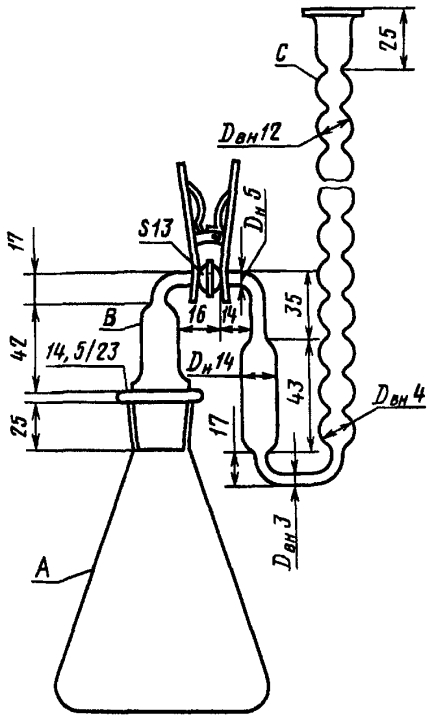
Пиридин по ГОСТ 13647, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, ч. д. а.

Серебра диэтилдитиокарбамат, раствор готовят следующим образом: 2,5 г диэтилдитиокарбамата серебра растворяют в пиридине (плотностью 0,980 г/$см^3$) в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$, объем раствора доводят пиридином до метки и перемешивают. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой в темном месте. Раствор годен около 14 сут.

gost.e-ecolog.ru



Мышьяк, раствор сравнения, с концентрацией 0,001 мг As_2O_3 в 1 см^3 раствора, готовят следующим образом: 0,1 г мышьяковистого ангидрида взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 15 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 2 моль/дм^3. Полученный раствор нейтрализуют в присутствии фенолфталеина раствором соляной кислоты концентрации c (HCl) = 2 моль/дм^3 в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см^3 полученного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Вата, пропитанная раствором уксуснокислого свинца, готовят следующим образом: 50 г уксуснокислого свинца растворяют в 250 см^3 воды. Медицинскую вату пропитывают полученным раствором, удаляют избыток раствора, а вату высушивают под вакуумом при комнатной температуре. Вату хранят в стеклянной склянке с притертой пробкой.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а., раствор с массовой долей йодистого калия 15 %.

Олово двухлористое, ч. д. а., раствор готовят следующим образом: 40 г двухлористого олова растворяют при нагревании в смеси 25 см^3 воды и 75 см^3 соляной кислоты.

Цинк гранулированный, ч. д. а.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, ч. д. а.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457, ч. д. а.

Калия бромид-бромат, раствор готовят следующим образом: 20 г бромистого калия и 5,2 г бромноватокислого калия растворяют в воде и разбавляют водой до 100 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Для построения градуировочного графика готовят серию образцов для градуировки, в конические колбы прибора *А* отбирают 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см^3 раствора сравнения мышьяка, что соответствует 0,001; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020 мг As_2O_3; добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты и разбавляют водой до объема 40 см^3. Затем добавляют 2 см^3 раствора йодистого калия, 0,5 см^3 раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 15 мин. В поглотительный сосуд помещают 5 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата серебра. В каждую коническую колбу прибора помещают 5 г цинка и сразу собирают прибор в соответствии с чертежом. По истечении 45 мин измеряют оптические плотности растворов в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя в качестве контрольного раствора поглотительный раствор.

Измерение производят при длине волны 540 нм.

По полученным данным значений оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в образцах для градуировки массы As_2O_3 в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. При анализе фосфатов с массовой долей мышьяка более 0,00005 % As_2O_3 взвешивают 5 г анализируемой пробы в конической колбе вместимостью 100 см^3 и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в 20 см^3 воды, подкисляют раствором соляной кислоты до pH около 4, добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты и 1 см^3 раствора бромид-бромата калия. Содержимое колбы нагревают на кипящей водяной бане с обратным холодильником в течение 20 мин. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть анализируемого раствора не более 30 см^3, содержащую 0,002—0,02 мг As_2O_3, помещают в коническую колбу прибора для определения мышьяка, разбавляют водой до объема 30 см^3 и добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты.

Далее анализ проводят по разд. 3, определяя массу мышьяка по градуировочному графику.

4.2. При анализе фосфатов с массовой долей мышьяка менее 0,00005 % As_2O_3 взвешивают 10 г анализируемой пробы в конической колбе прибора и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака, добавляют 20 см^3 воды, подкисляют раствором соляной кислоты до pH около 4, разбавляют водой до 30 см^3, добавляют 12 см^3 раствора соляной кислоты, 1 см^3 раствора бромид-бромата калия. Содержимое колбы нагревают на кипящей водяной бане с обратным холодильником в течение 20 мин.

После охлаждения анализ проводят по разд. 3, определяя массу мышьяка по градуировочному графику.

4.3. При анализе ортофосфорной кислоты навеску, содержащую 0,002—0,02 мг As_2O_3, массой не более 10 г взвешивают в конической колбе прибора и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака, добавляют 20 см^3 воды. Полученный раствор нагревают на кипящей водяной бане с обратным холодильником и порциями добавляют раствор бромид-бромата калия, пока желтая окраска брома останется без изменения в течение 5 мин. Прибавляют еще 1 см^3 раствора бромид-бромата калия и продолжают нагревание на водяной бане до полного удаления свободного брома. После охлаждения раствор разбавляют до 30 см^3 водой, добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты. Далее анализ проводят, как указано в разд. 3, определяя массу мышьяка по градуировочному графику.

4.1—4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю мышьяка в пересчете на As_2O_3 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot a \cdot 1000} = \frac{m_1 \cdot 10}{m \cdot a} \text{ (для п. 4.1.)};$$

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot m \cdot 1000} = \frac{m_1}{m \cdot 10} \text{ (для пп. 4.2 и 4.3)},$$

где m_1 — масса As_2O_3 в колориметрируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески пробы, г;

a — аликвотная часть анализируемого раствора, взятая для определения, см^3.

Для определения массовой доли мышьяка в пересчете на As, необходимо полученный результат умножить на 0,7574.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 % относительно среднего результата определяемой величины при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

Н.Б. Мойжес, Ю.М. Трофимов, М.В. Кузьменко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.02.81 № 962**

Изменение № 2 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1939—79**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначения НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 1027—67	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4160—74	2
ГОСТ 4232—74	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4457—74	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 13647—78	2
ГОСТ 24104—88	2

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

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1988 г., ноябре 1996 г. (ИУС 10—88, 2—97)**

gost.e-ecolog.ru