УДК 669.26:546.19.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Метод определения мышьяка

Metallic chrome
Method for determination of arsenic

ГОСТ 13020.12—85

(СТ СЭВ 4511—84)

Взамен
ГОСТ 13020.12—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1413 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка в металлическом хроме (при массовой доле мышьяка от 0,002 до 0,012 %).

Метод основан на образовании мышьяково-молибденовой кислоты и последующем восстановлении ее в хлоркислой среде сернокислым гидразином или аскорбиновой кислотой до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 840 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 590 до 900 нм.

Мышьяк предварительно отделяют от мешающих элементов отгонкой в виде треххлористого мышьяка.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4511—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Прибор для отгонки мышьяка по ГОСТ 14204—69 или иной конструкции.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78 или по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 2:3.

Кислота хлорная, 42 или 57 %-ный раствор.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Спирт этиловый, ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, при необходимости перекристаллизованный из спиртового раствора: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 80 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см³ этилового спирта, перемешивают и через 1 ч осадок под вакуумом отфильтровывают на фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74 и 0,15 %-ный свежеприготовленный раствор.

Кислота аскорбиновая, 0,5 %-ный свежеприготовленный раствор.

Хлорномолибдатная смесь I: 5,0 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см³ воды при нагревании, после чего охлаждают. Затем в стакан вместимостью 1 дм³ вливают 500 см³ воды, добавляют 230 см³ 57 %-ного или 312 см³ 42 %-ного раствора хлорной кислоты и перемешивают.

Постепенно, перемешивая, вводят раствор молибдата аммония, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Хлорномолибдатная смесь II: 8,1 г молибденовокислого аммония растворяют при нагревании в 250 см³ воды. В стакан вместимостью 1 дм³ вливают 300 см³ воды, прибавляют 345 см³ 57 %-ного или 468 см³ 42 %-ного раствора хлорной кислоты и перемешивают. Затем постепенно, перемешивая, вводят охлажденный раствор молибдата аммония, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 50 %-ный раствор. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Хлорная вода. Вода, насыщенная хлором, приготовленная непосредственно перед применением.

Мышьяка трехокись.

Стандартные растворы мышьяка:

раствор А: 0,1320 г трехокиси мышьяка растворяют в 5 см³ раствора гидроокиси натрия, разбавляют водой до 200 см³ и прибавляют разбавленной серной кислоты до нейтральной реакции по лакмусу. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация мышьяка в растворе А равна 0,0001 г/см³;

раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация мышьяка в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 1,0 г при содержании мышьяка до 0,006 % и 0,5 г при содержании мышьяка свыше 0,006 % помещают в дистилляционную колбу. В пробирку-приемник наливают 10 см³ хлорной воды, помещают в сосуд со льдом и собирают прибор. Из капельной воронки приливают 40 см³ разбавленной соляной кислоты и кипятят содержимое колбы до растворения навески.

После охлаждения раствора в колбу из капельной воронки приливают 15 см³ хлорной воды и отгоняют в пробирку-приемник 30 см³ дистиллята.

Затем охлаждают дистилляционную колбу, переносят из нее раствор и дистиллят из пробирки-приемника в стакан вместимостью 200 см³, ополаскивают все части аппарата водой и присоединяют промывную жидкость к основному раствору.

Раствор кипятят в течение 10 мин, накрыв стакан часовым стеклом, охлаждают, ополаскивают стекло и стенки стакана водой и выпаривают раствор до объема 10—15 см³ без кипячения. После этого раствор охлаждают, переносят в дистилляционную колбу и ополаскивают стенки стакана 20 см³ соляной кислоты. К раствору прибавляют 0,5 г бромистого калия, 0,2 г сернокислого гидразина и присоединяют к колбе перегонный аппарат. В пробирку-приемник, охлаждаемую льдом, предварительно наливают 10 см³ воды. Отгонку ведут до тех пор, пока объем раствора в колбе не станет равным 3—5 см³.

Дистиллят переносят в стакан вместимостью 200 см³. Стенки приемника ополаскивают 15 см³ разбавленной азотной кислоты. Небольшим количеством воды ополаскивают барботер и холодильник, собирая промывную жидкость в тот же стакан. Раствор выпаривают досуха (при слабом нагревании), а затем выдерживают в сушильном шкафу при температуре (130±5) °С в течение 30—40 мин.

3.1.1. Если в качестве восстановителя применяют сернокислый гидразин, к сухому остатку прибавляют 20 см³ хлорномолибдатной смеси I и 1 см³ раствора сернокислого гидразина, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают на кипящей бане в течение 10—20 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, ополаскивают стенки стакана хлорномолибдатной смесью I, доливают этой же смесью до метки и перемешивают.

3.1.2. Если в качестве восстановителя применяют аскорбиновую кислоту, к сухому остатку приливают 20 см³ хлорномолибдатной смеси II и 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают на кипящей бане в течение 10—20 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, ополаскивают стенки стакана хлорномолибдатной смесью II, доливают этой же смесью раствор до метки и перемешивают.

3.2. Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при длине волны 840 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 590 до 900 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Массу мышьяка находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения по стандартным образцам металлического хрома, близким по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенным через все стадии анализа.

3.3. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов из семи вместимостью по 50 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 и 0,00006 г мышьяка.

В каждый стакан прибавляют по 15 см³ разбавленной азотной кислоты, выпаривают растворы почти досуха и выдерживают в сушильном шкафу при температуре (130±5) °С в течение 30—40 мин. Раствор седьмого стакана, не содержащий стандартного раствора Б, служит для проведения контрольного опыта на содержание мышьяка в реактивах.

Далее поступают, как указано в п. 3.1.1 или 3.1.2. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующему им содержанию мышьяка строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю мышьяка (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса мышьяка в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

4.2. Массовую долю мышьяка (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D-D_2)}{D_1-D_2},$$

где C — массовая доля мышьяка в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца.

4 3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005 включ	0,002
Св 0,005 » 0,012 »	0,003

gost.e-ecolog.ru