МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ

Метод определения мышьяка

ГОСТ 12072.5—79

Cadmium. Method of arsenic determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка (при его массовой доле от 0,0005 % до 0,005 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 923.

Метод основан на экстрагировании трехвалентного мышьяка четыреххлористым углеродом и последующем измерении светопоглощения восстановленного комплекса с молибденовокислым аммонием при длинах волн 830 нм или 660—680 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12072.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная от мышьяка: в 500 $см^3$ соляной кислоты растворяют 10 г йодистого калия. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1 $дм^3$, прибавляют 25 $см^3$ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Отстоявшийся органический слой сливают. Экстракцию с 25 $см^3$ четыреххлористого углерода повторяют. Кислоту очищают в день применения.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и раствор 3 моль/$дм^3$.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор 2 моль/$дм^3$.

Титан треххлористый по ТУ 6—09—01—756.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1 г/$дм^3$.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 10 г/$дм^3$, готовят на растворе серной кислоты 3 моль/$дм^3$.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор 1,5 г/$дм^3$.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Оксид мышьяка (III) по ГОСТ 1973.

Стандартные растворы мышьяка:

Раствор А: 0,132 г оксида мышьяка (III) растворяют в 5 $см^3$ раствора гидроксида натрия, добавляют 10 $см^3$ воды, 10 $см^3$ раствора серной кислоты 3 моль/$дм^3$, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: 5 $см^3$ раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ до метки водой и перемешивают.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

1 см^3 раствора Б содержит 0,005 мг мышьяка.

Раздел 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кадмия массой 2,000 г (при массовой доле мышьяка до 0,001 %) или 1,000 г (при массовой доле мышьяка св. 0,001 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты. Приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают, обмывают стенки колбы 2—3 см^3 воды и выпаривание повторяют. К остатку приливают 20 см^3 воды, нагревают до растворения солей и охлаждают.

К раствору прибавляют по каплям раствор треххлористого титана до сиреневой окраски и дают избыток его 0,2 см^3. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100—150 см^3, колбу обмывают 80 см^3 соляной кислоты, очищенной от мышьяка, приливают 20 см^3 четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз экстракт сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см^3, а в первую делительную воронку приливают еще 20 см^3 четыреххлористого углерода и встряхивают 2 мин. Водную фазу отбрасывают. Объединенные экстракты промывают 20 см^3 очищенной соляной кислоты, встряхивая в течение 30 с. Экстракты сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 воды, реэкстрагируют мышьяк 1 мин. Органический слой переводят в другую делительную воронку и реэкстракцию мышьяка 10 см^3 воды повторяют.

Объединенные реэкстракты помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски раствора. Через 4—5 мин прибавляют 2 см^3 раствора молибденовокислого аммония, раствор кипятят 1—2 мин, а затем добавляют по каплям раствор сернокислого гидразина до обесцвечивания раствора и дают избыток его 1 см^3. Раствор кипятят 5 мин, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Светопоглощение измеряют в соответствующей кювете на спектрофотометре при длине волны 830 нм или на фотоэлектроколориметре в области длин волн 660—680 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Содержание мышьяка устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести стаканов вместимостью 100 см^3 отмеривают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б мышьяка (что соответствует 10; 20; 30; 40; 50 мкг мышьяка), в каждый стакан приливают по 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления паров серной кислоты. Далее поступают, как указано в п. 3.1. По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям мышьяка строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю мышьяка (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m — масса навески, г;

m_1 — количество мышьяка, найденное в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику, мкг.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0003	0,0004
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0005	0,0006

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.08.79 № 3230**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 923—78**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 12072.5—71**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1973—77	2	ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 5841—74	2
ГОСТ 3765—78	2	ГОСТ 12072.0—79	1.1
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 20288—74	2
ГОСТ 4232—74	2	ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 4328—77	2	ТУ 6—09—01—756—88	2

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

7. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1984 г, июле 1990 г. (ИУС 12—84, 11—90)**

gost.e-ecolog.ru