

СВИНЕЦ

Метод определения мышьяка

Lead.
Method for the determination of arsenic

ГОСТ

20580.5-80*

[СТ СЭВ 910-78]

Взамен

ГОСТ 20580.5-75

ОКСТУ 1725

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен

с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396 срок действия продлен

до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка от 0,0002 до 0,1% в свинце (99,992—99,5%).

Метод основан на взаимодействии пятивалентного мышьяка с анионом молибдата и получении мышьяковомолибденовой кислоты, которую экстрагируют смесью бутилового спирта и эфира. Мышьяковомолибденовая кислота восстанавливается в органическом экстракте двухлористым оловом до молибденовой сини и полученный органический раствор фотометрируют в области длин волн 610—700 нм. Для получения мышьяковомолибденовой кислоты и ее полного экстрагирования необходимо, чтобы в растворе концентрация соляной кислоты была 0,6—1,2 моль/дм³.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 910-78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 20580.0-80.
1.2. Правильность получаемых результатов анализа контролируется одновременным определением массовой доли мышьяка в соответствующем СО свинца № 1591-79—1594-79.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



* Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4-84).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствора с $(\text{HCl}) = 1,5$ моль/дм³ и с $(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий молибденовоокислый по ГОСТ 10931—74, 1,5%-ный раствор.

Спирт вторичный бутиловый.

Эфир этиловый.

Смесь экстракционная: вторичный бутиловый спирт смешивают с эфиром в соотношении 2 : 1.

Олово (II) хлористое по ГОСТ 36—78, 0,2%-ный раствор в растворе соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, свежеприготовленный.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64, 0,5%-ный раствор.

Калий бромоватохлорный по ГОСТ 4457—74, раствор с $(\frac{1}{6} \text{KBrO}_3) = 0,05$ моль/дм³ (приблизительно).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 2%-ный раствор.

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973—77.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,132 г мышьяковистого ангидрида растворяют в 20 см³ раствора гидроокиси натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, подкисляют соляной кислотой, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: к 5 см³ раствора А прибавляют 1 см³ соляной кислоты, 1 каплю раствора метилового оранжевого, нагревают до 60—70°C и прибавляют по каплям раствор бромоватохлорного калия до исчезновения цвета метилового оранжевого. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают до комнатной температуры, доливают до метки раствором соляной кислоты концентрации 1,5 моль/дм³ и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг мышьяка.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В зависимости от ожидаемой массовой доли мышьяка берут навеску, масса которой указана в табл. 1.

Навеску свинца растворяют в 20 или 10 см³ азотной кислоты (1 : 2) и нагревают до удаления окислов азота. Полученный раствор нейтрализуют водным аммиаком до получения осадка гидроокиси свинца, не исчезающего при перемешивании, и прибавляют по кап-

Таблица 1

| Массовая доля мышьяка, % | Масса навески, г | Объем аликвотной части раствора, см ³ |
|--------------------------|------------------|--|
| От 0,0002 до 0,001 | 5 | 20 |
| Св. 0,001 > 0,003 | 5 | 10 |
| > 0,003 > 0,005 | 2 | 10 |
| > 0,005 > 0,01 | 1 | 10 |
| > 0,01 > 0,05 | 1 | 3 |
| > 0,05 > 0,1 | 0,5 | 2 |

лям азотную кислоту до растворения осадка. Приливают 12 см³ соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан.

Для анализа отбирают в стакан аликвотную часть раствора (табл. 1), содержащую от 2 до 15 мкг мышьяка, прибавляют 1 каплю раствора метилового оранжевого, нагревают до 60—70°C и приливают по каплям раствор бромноватокислого калия до исчезновения цвета метилового оранжевого. Раствор охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³. Если объем раствора меньше 20 см³, приливают раствор соляной кислоты концентрации 1,5 моль/дм³ до 20 см³. Прибавляют 10 см³ раствора молибденовокислого натрия, перемешивают и взбалтывают с 10 см³ экстракционной смеси в течение 20 с. Экстракцию повторяют с 10 см³ смеси. Оба органических экстракта объединяют в другой делительной воронке вместимостью 100 см³ и промывают 2 раза путем многократного перемешивания с 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ для удаления лишнего молибденовокислого натрия. К промытому органическому экстракту приливают 10 см³ раствора хлористого олова (II) и перемешивают несколько раз. После расслоения фаз нижний водный слой отбрасывают, а верхний органический слой, окрашенный в синий цвет, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. Делительную воронку ополаскивают 2 см³ экстракционной смеси, собирая промывную смесь в ту же мерную колбу. Разбавляют объем до метки экстракционной смесью и перемешивают.

Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр (для отделения капелек влаги) в соответствующую кювету и через 15 мин, отсчитывая время от прибавления раствора хлористого олова, измеряют оптическую плотность раствора в области длин волн 650—670 нм. Раствором сравнения служит экстракционная смесь. Одновременно проводят контрольные опыты со всеми реактивами и растворами, применяемыми при выполнении определения и при

тех же условиях. Количество мышьяка в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в семь делительных воронок помещают по 10 см³ 1,5 н. раствора соляной кислоты и в шесть из семи воронок приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора Б. Седьмая воронка служит для проведения контрольного опыта. Во всех воронках разбавляют объем до 20 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1,5 моль/дм³, прибавляют 10 см³ раствора молибденовокислого натрия и далее поступают как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массовым долям мышьяка строят градуировочный график.

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V},$$

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

V — объем исходного раствора, см³;

m — масса навески свинца, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля мышьяка, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|--------------------------|---------------------------------------|
| От 0,0002 до 0,001 | 0,0001 |
| Св. 0,001 » 0,003 | 0,0003 |
| » 0,003 » 0,005 | 0,0004 |
| » 0,005 » 0,01 | 0,0008 |
| » 0,01 » 0,03 | 0,0025 |
| » 0,03 » 0,05 | 0,004 |
| » 0,05 » 0,1 | 0,008 |

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1725 на ОКСТУ 1709.
Пункт 1.1 после слова «анализа» дополнить словами: «и требования безопасности».

Пункт 1.2 исключить.

Раздел 2. Пятый абзац. Заменить слова: «1,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 15 г/дм³»;

шестой абзац дополнить ссылкой: «по ТУ 6—09—4620—78»;

заменить слова: «по ГОСТ 36—78, 0,2 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—5384—88, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³»; «по ГОСТ 10816—64,

0,5 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—5171—84, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³»;

двенадцатый, тринадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Оксид мышьяка (III) по ГОСТ 1973—77»;

Раствор А. Заменить слова: «мышьяковистого ангидрида» на «оксида мышьяка (III)», «гидроокиси натрия» на «гидроксида натрия».

Пункт 3.1. Таблица 1. Графа «Масса навески, г». Заменить значения: 5 на 5,000 (2 раза); 2 на 2,000; 1 на 1,000 (2 раза); 0,5 на 0,500;

второй абзац. Заменить слова: «окислов азота» на «оксидов азота», «гидроокиси свинца» на «гидроксида свинца».

Пункт 3.2. Заменить слова: «1,5 н. раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты 1,5 моль/дм³».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 2,

Таблица 2

| Массовая доля мышьяка, % | Допускаемые расхождения параллельных определений, % | Допускаемые расхождения результатов анализа, % |
|----------------------------|---|--|
| От 0,0002 до 0,0008 включ. | 0,0001 | 0,0001 |
| Св. 0,0008 > 0,0030 > | 0,0003 | 0,0004 |
| > 0,0030 > 0,0050 > | 0,0006 | 0,0008 |
| > 0,0050 > 0,0100 > | 0,0010 | 0,0013 |

Продолжение табл. 2

| Массовая доля мышьяка, % | Допускаемые расхождения параллельных определений, % | Допускаемые расхождения результатов анализа, % |
|---------------------------|---|--|
| Св. 0,010 до 0,030 включ. | 0,002 | 0,003 |
| > 0,030 > 0,050 > | 0,003 | 0,004 |
| > 0,050 > 0,100 > | 0,005 | 0,006 |