

Изменение № 3 ГОСТ 15483.3—78 Олово. Методы определения мышьяка

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.06.89 № 1950

Дата введения 01.01.90

Вводную часть после слов «(при массовой доле от 0,001 до 0,25 %)» дополнить словами: «объемный метод определения мышьяка (при массовой доле от 0,001 до 1 %)».

Пункты 2.2, 3.2. Заменить слова: «15 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 15 %», «1,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1,5 %», «0,25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,25 %», «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %» (3 раза);

исключить ссылку: ГОСТ 989—75.

Пункт 2.3.1. Шестой абзац. Заменить слова: «кюветами с толщиной слоя 5 см» на «кюветами с оптимальной толщиной слоя».

Пункт 3.2. Заменить слова: «разбавленная 1:1» на 3 моль/дм³.

Пункты 3.2, 4.2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.3.1. Второй абзац. Заменить слова: «6 н. раствор» на «раствор 3 моль/дм³».

(Продолжение см. с. 74)

(Продолжение изменения к ГОСТ 15483.3—78)

Пункт 4.2. Заменить слова: «0,3 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,3 %», «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %», «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %».

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Объемный бихроматометрический метод

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в кислоте, восстановлении мышьяка до элементарного гипофосфитом натрия в солянокислом растворе и обратном титровании избытка соли Мора бихроматом калия в присутствии фенилантрапиновой кислоты в качестве индикатора.

5.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:9.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76.

Натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200—76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой долей 5 %.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

(Продолжение см. с. 75)

Смесь кислот: 150 см³ концентрированной серной кислоты, приливают и 500 см³ воды, охлаждают, приливают 150 см³ ортофосфорной кислоты и доливают водой до 1 дм³.

Железо карбонильное.

Соль Мора (двойная серноокислая соль закиси железа и аммония) по ГОСТ 4208—72, раствор концентрации 0,02 моль/дм³; готовят растворением 38,5 г соли Мора в 5 дм³ воды, содержащей 250 см³ концентрированной серной кислоты,

Дифениламин по ГОСТ 5825—70, раствор; готовят следующим образом: 1 г дифениламина смачивают 3—5 см³ воды и растворяют в 100 см³ концентрированной серной кислоты.

Фенилантраниловая кислота, раствор; готовят следующим образом: 0,1 г двууглекислого натрия растворяют в 20—40 см³ воды, добавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты, нагревают, охлаждают и разбавляют водой до 100 см³.

Промывная жидкость: к 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, добавляют 1 г гипофосфита натрия.

Двухромовокислый калий по ГОСТ 422—75, раствор концентрации 0,003 моль/дм³.

Установка массовой концентрации раствора двухромовокислого калия.

В 3—4 колбы вместимостью по 250 см³ с клапанами Бунзена помещают по 0,05 г чистого металлического железа, по 0,5 г натрия двууглекислого и растворяют в 40—50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9. После растворения железа раствор слегка кипятят и охлаждают, не снимая пробки. Затем раствор быстро разбавляют водой до 200 см³, приливают 25 см³ смеси кислот, две капли раствора дифениламина и титруют раствором двухромовокислого калия до устойчивого сине-фиолетового окрашивания раствора.

Молярную концентрацию (M) двухромовокислого калия вычисляют по формуле

$$M = \frac{m \cdot 1000}{V_0 M'}$$

где m — масса навески металлического железа, равная 0,05 г;

V_0 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

M' — молярная масса эквивалента железа, равная 55,85 г/моль.

Массовая концентрация раствора (C) вычисляется по формуле

$$C = M \cdot 0,015,$$

где M — молярная концентрация двухромовокислого калия;

0,015 — количество мышьяка, соответствующее 1 см³ раствора двухромовокислого калия концентрации 0,17 моль/дм³.

5.3. Проведение анализа

Навеску олова массой 0,5—5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. Для разложения навески приливают 20 см³ концентрированной серной кислоты или 40 см³ концентрированной соляной кислоты. При разложении навески в соляной кислоте добавляют раствор перекиси водорода, не допуская отсутствия окислителя. После растворения навески раствор кипятят до удаления избытка окислителя, охлаждают, приливают 50 см³ воды и тщательно перемешивают, приливают равный объем концентрированной соляной кислоты, 2—3 г гипофосфита натрия, закрывают колбу обратным холодильником и нагревают до кипения. Слабое кипение поддерживают в течение 30 мин, после чего раствор оставляют на теплой плите до полной коагуляции осадка. Раствор с осадком охлаждают в проточной воде и отфильтровывают осадок через тампон из фильтробумажной массы, промывая колбы и осадок 5—6 раз промывной жидкостью, а затем 8—10 раз раствором хлористого аммония с массовой долей 5 %.

Осадок мышьяка вместе с фильтробумажной массой количественно переносят в колбу, где велось осаждение, приливают 50 см³ серной кислоты, разбавленной

1:9, и растворяют при энергичном встряхивании в избытке двуххромовокислого калия, приливая его из бюретки по 10—30 см³ (в зависимости от содержания мышьяка). После растворения мышьяка из бюретки приливают раствор соли Мора до исчезновения желтой окраски двуххромовокислого калия и некоторый избыток (20—30 см³). Далее прибавляют 3—4 капли раствора фенилантранило-вой кислоты и титруют избыток соли Мора раствором двуххромовокислого калия 0,003 моль/дм³ до появления розового окрашивания раствора.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot c \cdot 100}{m},$$

где V — общий объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованного на растворение мышьяка и титрование избытка соли Мора, см³;

V_1 — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованного на титрование такого же количества соли Мора, какое было прибавлено к анализируемому раствору, см³.

Примечание. Количество двуххромовокислого калия, израсходованное на титрование соли Мора, устанавливают следующим образом: из бюретки приливают в колбу вместимостью 250 см³ такое же количество соли Мора, какое было прибавлено к анализируемому раствору (20—30 см³), прибавляют 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9, 3—4 капли раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором двуххромовокислого калия до появления розового окрашивания раствора;

C — массовая концентрация раствора двуххромовокислого калия по мышьяку, г/см³;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

| Массовая доля мышьяка, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % | Массовая доля мышьяка, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|--------------------------|---------------------------------------|--------------------------|---------------------------------------|
| От 0,001 до 0,005 | 0,0005 | Св. 0,06 до 0,1 | 0,01 |
| Св. 0,005 » 0,01 | 0,001 | » 0,1 » 0,2 | 0,02 |
| » 0,01 » 0,02 | 0,003 | » 0,2 » 0,3 | 0,03 |
| » 0,02 » 0,04 | 0,005 | » 0,3 » 0,6 | 0,06 |
| » 0,04 » 0,06 | 0,008 | » 0,6 » 0,8 | 0,08 |
| | | » 0,8 » 1,0 | 0,09 |

(ИУС № 10 1989 г.)