

ФЕРРОНИОБИЙ**Метод определения содержания мышьяка**

Ferrouniobium Method for the determination
of arsenic content

ГОСТ
15933.15—70

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 6/V 1970 г. № 626 срок введения установлен с 1/VII 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на феррониобий и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания мышьяка (при содержании мышьяка от 0,001 до 0,010%).

Метод основан на образовании молибденовой сини в результате взаимодействия пятивалентного мышьяка с молибденово-кислым аммонием в присутствии восстановителей.

Мышьяк отделяют от сопутствующих элементов отгонкой в виде треххлористого мышьяка.

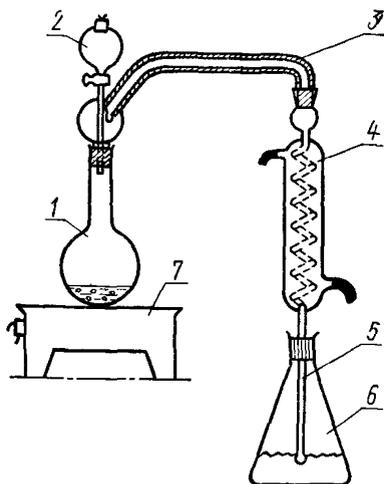
Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на феррониобий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Аппарат для отгонки мышьяка (см. чертеж)



1—дистилляционная колба вместимостью 100 мл, 2—насадка с капельной воронкой, 3—дефлегматор с соединительной трубкой, 4—эмевиновый холодильник, 5—барбатер, 6—пробирка приемник 7—электроплитка

Платиновая чашка № 5 по ГОСТ 6563—58.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1·1, и 6 н раствор.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—65.

Гидразин солянокислый по ГОСТ 5856—65.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—65.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 40 и 5%-ные растворы.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор, готовят следующим образом: 1 г фенолфталеина растворяют в 600 мл этилового спирта и смешивают с 40 мл воды.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, 0,1%-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—64, 1%-ный свежеприготовленный раствор в 6 н растворе серной кислоты.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—68, 0,5%-ный свежеприготовленный водный раствор.

Натрии мышьяковистокислый, стандартные растворы.

Раствор А; готовят следующим образом 0,132 г мышьяковистокислого ангидрида растворяют в 5 мл 5%-ного раствора

едкого натра в мерной колбе вместимостью 100 мл, прибавляют 30 мл воды, затем добавляют разбавленную 1 л соляную кислоту до слабокислой реакции по лакмусу и доливают водой до метки

1 мл раствора А содержит 1 мг мышьяка

Раствор Б, готовят следующим образом, отбирают пипеткой 1 мл раствора А в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают до метки водой

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг мышьяка

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, разбавленная 1 1

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску феррониобия 1 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, добавляют 5—7 мл фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, приливают 5 мл концентрированной азотной кислоты. Затем добавляют 10 мл разбавленной 1 л серной кислоты и выпаривают раствор до начала выделения паров серного ангидрида. После охлаждения обмывают стенки чашки 5—10 мл воды и снова выпаривают раствор до выделения паров серного ангидрида. После охлаждения осторожно приливают 15 мл концентрированной соляной кислоты и переносят содержимое чашки вместе с осадком в дистилляционную колбу вместимостью 100 мл. Стенки чашки обмывают 15 мл воды. В колбу добавляют 0,5 г бромистого калия, 0,5 г серноокислого или соляноокислого гидразина, 4—6 шт фарфоровых бусинок, закрывают колбу пробкой с отводной трубкой, соединенной с холодильником, ставят на плитку и отгоняют треххлористый мышьяк. Дистиллят собирают в колбу вместимостью 100 мл, в которую налито 10 мл воды и опущена отводная трубка холодильника. Отгонку продолжают до тех пор, пока в колбу-приемник не перейдет $\frac{2}{3}$ первоначального объема.

Полученный дистиллят нейтрализуют по фенолфталеину 40%-ным раствором едкого натра до малиновой окраски и затем подкисляют 6 н раствором серной кислоты до обесцвечивания. После охлаждения прибавляют по каплям 0,1%-ный раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски, исчезающей в течение 1 мин прибавляют 4 мл молибденовокислого аммония и медленно, по каплям, приливают 0,5%-ный раствор хлористого олова до исчезновения розовой окраски марганцовокислого калия и 1 мл в избыток.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (максимум светопропускания 640—700 нм), в кювете с толщиной слоя 50 мм

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

3.1. Построение калибровочного графика

В шесть стаканов или конических колб вместимостью по 100 мл приливают пипеткой или микробюреткой по 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5, 3,0 мл стандартного раствора Б, прибавляют по 10 мл воды и по каплям 0,1%-ный раствор марганцовокислого калия до не исчезающего в течение 1 мин розового окрашивания. Затем прибавляют по 4 мл молибденовокислого аммония и медленно, по каплям, 0,5%-ный раствор хлористого олова до исчезновения розовой окраски и 1 мл в избыток. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, как указано в разд 3.

По найденным значениям оптической плотности с учетом поправки контрольного опыта и соответствующим им концентрациям мышьяка строят калибровочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание мышьяка (X) в процентах вычисляют по формулам:

при построении калибровочного графика

$$X = \frac{g \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где:

g — количество мышьяка, найденное по калибровочному графику, в мг,

G — навеска в г,

при сравнении со стандартным раствором мышьяка

$$X_1 = \frac{g(D - D_1) \cdot 100}{(D_2 - D_1) \cdot G},$$

где:

g — количество мышьяка в стандартном растворе в г,

D — оптическая плотность испытуемого раствора,

D_1 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

D_2 — оптическая плотность стандартного раствора;

G — навеска пробы в г

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание мышьяка в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,001 до 0,003	0,00050
Св. 0,003 „ 0,005	0,001
„ 0,005 „ 0,010	0,002