

## ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Метод определения мышьяка

Metallic chrome.

Method for determi

ОКСТУ 0809

НИИПР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

ГОСТ

13020.12-85

(СТ СЭВ 4511-84)

Взамен

ГОСТ 13020.12-75

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 хrome (при массовой доле мышьяка от 0,002 до 0,012 %).

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



## 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 молибденовоокислый по ГОСТ 3765—78, при необходимости перекристаллизованный из спиртового раствора: 250 г молибденовоокислого аммония растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании до 80 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см<sup>3</sup> 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 серникоксидный по ГОСТ 5841—74 и 0,15 %-ный свежеприготовленный раствор.

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

Хлорномолибдатная смесь I: 5,0 г молибденовоокислого аммония растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при нагревании, после чего охлаждают. Затем в стакан вместимостью 1 дм<sup>3</sup> вливают 500 см<sup>3</sup> воды, добавляют 230 см<sup>3</sup> 57 %-ного или 312 см<sup>3</sup> 42 %-ного раствора хлорной кислоты и перемешивают.

Постепенно, перемешивая, вводят раствор молибдата аммония, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Хлорномолибдатная смесь II: 8,1 г молибденовоокислого аммония растворяют при нагревании в 250 см<sup>3</sup> воды. В стакан вместимостью 1 дм<sup>3</sup> вливают 300 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 345 см<sup>3</sup> 57 %-ного или 468 см<sup>3</sup> 42 %-ного раствора хлорной кислоты и перемешивают. Затем постепенно, перемешивая, вводят охлажденный раствор молибдата аммония, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, 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 триоксида мышьяка растворяют в 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, разбавляют водой до 200 см<sup>3</sup> и прибавляют разбавленной серной кислоты до нейтральной реакции по лакмусу. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация мышьяка в растворе А равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>;

раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация мышьяка в растворе Б равна 0,00001 г/см<sup>3</sup>.

### 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 см<sup>3</sup> хлорной воды, помещают в сосуд со льдом и собирают прибор. Из капельной воронки приливают 40 см<sup>3</sup> разбавленной соляной кислоты и кипятят содержимое колбы до растворения навески.

После охлаждения раствора в колбу из капельной воронки приливают 15 см<sup>3</sup> хлорной воды и отгоняют в пробирку-приемник 30 см<sup>3</sup> дистиллята.

Затем охлаждают дистилляционную колбу, переносят из нее раствор и дистиллят из пробирки-приемника в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> без кипячения. После этого раствор охлаждают, переносят в дистилляционную колбу и ополаскивают стенки стакана 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты. К раствору прибавляют 0,5 г бромистого калия, 0,2 г сернистого гидразина и присоединяют к колбе перегонный аппарат. В пробирку-приемник, охлаждаемую льдом, предварительно наливают 10 см<sup>3</sup> воды. Отгонку ведут до тех пор, пока объем раствора в колбе не станет равным 3—5 см<sup>3</sup>.

Дистиллят переносят в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Стенки приемника ополаскивают 15 см<sup>3</sup> 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.