

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

ЦИНК

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

ГОСТ 19251.4—79

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ЦИНК

Метод определения мышьяка

Zinc.
Method of arsenic determinationГОСТ
19251.4—79

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка при его массовой доле от 0,00025 до 0,03 %.

Метод основан на образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернистым гидразином в слабокислом растворе до молибденовой сини и фотометрировании при длине волны 820 нм или в области длин волн 650—670 нм.

Чувствительность метода определения мышьяка на спектрофотометре — 2 мкг в объеме 25 см³; чувствительность определения мышьяка на фотоэлектроколориметре — 5 мкг в объеме 50 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 19251.0.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная от мышьяка следующим образом: в 500 см³ соляной кислоты растворяют 10 г йодистого калия. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см³, прибавляют 25 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Дают отстояться и сливают органический слой. Водный слой еще раз экстрагируют 25 см³ четыреххлористого углерода. Органический слой отбрасывают. Исходную концентрацию кислоты проверяют по ареометру.

Кислота соляная, раствор 9 моль/дм³; готовят из очищенной от мышьяка соляной кислоты разбавлением водой 3:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, раствор 3 моль/дм³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Гидразин сернистый по ГОСТ 5841, раствор, 1,5 г/дм³ и разбавленный 1:19 (5 см³ 1,5 г/дм³ раствора доводят до объема 100 см³ водой).

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 10 г/дм³, готовят на растворе серной кислоты 3 моль/дм³.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1 г/дм³.

Титан треххлористый.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Фенолфталеин, раствор спиртовой 1 г/дм³.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Оксид мышьяка (III) по ГОСТ 1973.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,1320 г оксида мышьяка (III) растворяют при нагревании в 5—10 см³ раствора гидроксида натрия, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, нейтрализуют по фенолфталеину раствором серной кислоты 3 моль/дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг мышьяка.

Раствор В: 20 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,002 мг мышьяка.

Растворы Б и В следует применять свежеприготовленными.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинка массой 2,0000 г (массовая доля мышьяка от 0,00025 до 0,0005 %) и 1,0000 г (массовая доля мышьяка выше 0,0005 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты и выпаривают почти досуха. Охлаждают, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления паров серной кислоты. Стенки колбы обмывают 3—5 см³ воды и повторяют выпаривание до паров серной кислоты.

При массовой доле мышьяка от 0,005 до 0,03 % в колбу прибавляют 50 см³ воды и кипятят до растворения солей. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Из осветленной части раствора берут аликвотную часть с таким расчетом, чтобы в ней было мышьяка от 0,005 до 0,05 мг.

При массовой доле мышьяка от 0,00025 до 0,005 % в колбу прибавляют 20 см³ воды и кипятят до растворения солей. Раствор охлаждают. Если есть осадок сульфата свинца, то его отфильтровывают, промывают 3—4 раза небольшим количеством холодной воды и отбрасывают.

Затем аликвотную часть или весь раствор помещают в делительную воронку вместимостью 150—200 см³, прибавляют по каплям раствор треххлористого титана до сиреневого цвета и в избыток 0,2 см³, прибавляют трех-, четырехкратный объем соляной кислоты, чтобы кислотность раствора была не ниже 9 моль/дм³ 20 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Дают отстояться и сливают органический слой в другую делительную воронку. Экстракцию мышьяка с 20 см³ четыреххлористого углерода повторяют и присоединяют органический слой к первому. Объединенные экстракты промывают 10 см³ раствора соляной кислоты 9 моль/дм³, встряхивая 15—20 с.

Промытый органический экстракт сливают в другую делительную воронку, где встряхивают с 10 см³ воды в течение 1 мин. При этом мышьяк переходит в водный слой. Резэкстракцию мышьяка с 10 см³ воды повторяют.

Объединенные резэкстракты помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски раствора. Через 4—5 мин прибавляют 2 см³ раствора молибденовокислого аммония и нагревают до кипения. Добавляют по каплям раствор (1,5 г/дм³) гидразина до обесцвечивания марганцовокислого калия, затем 2 см³ разбавленного раствора гидразина и кипятят 3—5 мин.

После охлаждения в зависимости от интенсивности окраски раствор переводят в мерные колбы вместимостью 25 или 50 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 820 нм или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 650—760 нм, в соответствующей кювете.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит вода.

Содержание мышьяка устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).