

СВИНЕЦ

Метод определения мышьяка

Lead.
Method for the determination of arsenic

ГОСТ

20580.5—80*

(СТ СЭВ 910—78)

ОКСТУ 1725

Взамен
ГОСТ 20580.5—75

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 мышьякомolibденовой кислоты, которую экстрагируют смесью бутилового спирта и эфира. Мышьякомolibденовая кислота восстанавливается в органическом экстракте двухлористым оловом до молибденовой сини и полученный органический раствор фотометрируют в области длин волн 610—700 нм. Для получения мышьякомolibденовой 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 коспрежжена

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектрориметр 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 бромноватокислый 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 бромноватокислого 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