

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

ФЕРРОВАНАДИЯ

ГОСТ

Методы определения мышьяка

13217.11—90

Ferrovanadium.

Methods for determination of arsenic

(СТ СЭВ

1214—89)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения мышьяка в феррованадии при массовой доле его от 0,003 до 0,06%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27439.
1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании мышьяково-молибденовой гетерополиоксикислоты и последующем восстановлении ее в хлорнокислой среде гидразином или аскорбиновой кислотой до соединения, окрашенного в синий цвет, и измерении оптической плотности растворов.

Мышьяк предварительно отделяют от мешающих элементов в виде треххлористого мышьяка дистиляцией или в виде сульфидатиоацетамида.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Прибор для отгонки мышьяка любого типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 2 : 3.

Смесь кислот соляной и азотной в соотношении 3 : 1, готовят перед применением.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



257-95
43

Кислота хлорная плотностью 1,5 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм³.

Натрия пероксид.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

При необходимости его перекристаллизовывают: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 80 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см³ 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 порциями по 30 см³ и высушивают на воздухе.

Хлорномолибдатная смесь I: 5,0 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см³ воды при нагревании и охлаждают. В стакан вместимостью 1 дм³ вливают 500 см³ воды, приливают 230 см³ хлорной кислоты, перемешивают и постепенно при перемешивании вливают раствор молибденовокислого аммония. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. (Реактив содержит 0,4% триоксида молибдена в растворе хлорной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³.)

Хлорномолибдатная смесь II: 8,1 г молибденовокислого аммония растворяют при нагревании в 250 см³ воды. В стакан вместимостью 1 дм³ вливают 300 см³ воды, прибавляют 345 см³ хлорной кислоты и перемешивают. Затем постепенно при перемешивании вливают охлажденный раствор молибденовокислого аммония, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. (Реактив содержит 0,65% триоксида молибдена в растворе хлорной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³.)

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841 и раствор с массовой концентрацией 1,5 г/дм³.

Медь (II) серноокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Гидроксиламин серноокислый по ГОСТ 7298 или гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456.

Тиоацетамид, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

При необходимости перекристаллизовывают: 30 г тиоацетамида помещают в стакан вместимостью 250 см³, наливают 100 см³ ксилола, нагревают до температуры 90 °С, затем раствор переливают в другой стакан и охлаждают. Эту операцию с новыми порциями ксилола по 100 см³ проводят 7—8 раз, объединяя порции ксилола в один стакан. Объединенный раствор охлаждают в про-

точной воде в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы тиоацетамида отфильтровывают под вакуумом на фильтр средней плотности, промывают три раза ксилолом и высушивают на воздухе.

Ксилол.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или ГОСТ 18300.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Мышьяка триоксид.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Стандартные растворы мышьяка

Раствор А: 0,1320 г триоксида мышьяка растворяют в 5 см³ раствора гидроксида натрия, разбавляют водой до 200 см³ и прибавляют раствор серной кислоты 1:1 до нейтральной реакции по индикаторной бумаге. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация мышьяка в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 20,0 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация мышьяка в растворе Б равна 0,00002 г/см³.

Раствор В: 25,0 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация мышьяка в растворе В равна 0,000005 г/см³.

Растворы Б и В готовят перед применением.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Метод отделения мышьяка дистилляцией

2.3.1.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку или фторопластовый стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ серной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески раствор выпаривают до выделения паров серной кислоты. Содержимое стакана или чашки охлаждают, обмывают стенки водой и вновь выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. К охлажденному раствору приливают 15 см³ соляной кислоты, 50 см³ теплой воды и растворяют соли. Раствор переливают в дистилляционную колбу, стакан ополаскивают 40 см³ соляной кислоты и присоединяют ее к основному раствору. Затем в дистилляционную

колбу прибавляют 1 г бромиды калия, 2 г сульфата гидразина и медленно отгоняют хлорид мышьяка. Дистиллят собирают в стакан-приемник, куда предварительно наливают 50 см³ воды. Отгонку продолжают до тех пор, пока в приемник не перейдет $\frac{2}{3}$ первоначального объема раствора.

Дистиллят переливают в стакан вместимостью 300 см³. Стенки приемника ополаскивают 15 см³ раствора азотной кислоты. Небольшим количеством воды ополаскивают прибор для отгонки мышьяка, собирая промывную жидкость в тот же стакан. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, предварительно выпарив его до малого объема при слабом нагревании. Весь раствор или аликвотную часть раствора, согласно табл. 1, выпаривают досуха при слабом нагревании, а затем выдерживают в сушильном шкафу при температуре 130 °С в течение 40 мин.

Таблица 1

Массовая доля мышьяка, %	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,003 до 0,01 включ.	Весь раствор
Св. 0,01 > 0,02 >	50
> 0,02 > 0,05 >	20
> 0,05 > 0,06 >	10

2.3.1.2. К сухому остатку прибавляют 40 см³ хлорномолибдатной смеси 1, 2 см³ раствора сульфата гидразина, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают раствор на кипящей водяной бане в течение 20 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают стенки стакана хлорномолибдатной смесью 1, доливают этой же смесью до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при длине волны 840 нм или фотозлектроколориметре в области светопропускания от 590 до 700 нм или от 750 до 900 нм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массу мышьяка находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

2.3.1.3. Для построения градуировочного графика в пять из шести стаканов вместимостью 50 см³ вводят 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,00001, 0,00002, 0,00003, 0,00004 и 0,00005 г мышьяка. Во все шесть стаканов прибавляют по 15 см³ раствора азотной кислоты, выпаривают растворы досуха и выдерживают в сушильном шкафу при температуре 130 °С в течение 40 мин.