

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения мышьяка

Selenium. Method of arsenic determination

ГОСТ
20996.4—82*

Взамен
ГОСТ 10431—63
в части разд. VIII

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения мышьяка (при массовой доле мышьяка 0,002—0,06%).

Метод основан на образовании желтого мышьяково-молибденового комплекса с последующим восстановлением его серноокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяково-молибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора после предварительного отделения мышьяка отгонкой в виде трихлорида мышьяка или экстракцией органическими растворителями.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Установка для отгонки мышьяка приведена на чертеже.

Фотоэлектроколориметр.

Шкаф сушильный лабораторный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 3:1 и 1:1, содержащая 0,1 моль йодистого калия в 1 дм³ раствора и очищенная от мышьяка: 500 см³ соляной кислоты помещают в делительную воронку вместимостью 1000 см³, прибавляют 25 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Органический слой отделяют и отбрасывают. К водному раствору добавляют 25 см³ четыреххлористого углерода и снова встряхивают в течение 2 мин; органический слой отбрасывают. Кислоту очищают в день применения.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:3 и 12 моль/дм³ раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор 10 г/дм³ в растворе серной кислоты 12 моль/дм³.

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841—74, раствор 1,5 г/дм³.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

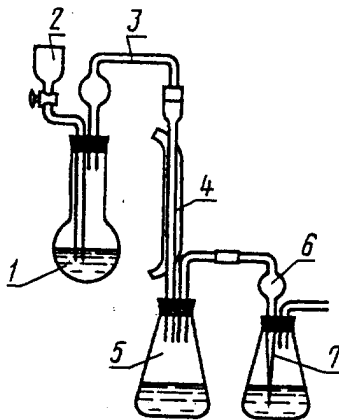
★

*Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.
 Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.
 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор 20 г/дм³.
 Натрий двууглекислый безводный по ГОСТ 2156—76.
 Восстановительная смесь (свежеприготовленный раствор): к 25 см³ раствора молибденовокислого аммония прибавляют 2,5 см³ сернокислого гидразина, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Установка для отгонки мышьяка



1 — перегонная колба; 2 — капельная воронка; 3 — насадка с брызгоуловителем; 4 — холодильник; 5 — первый приемник; 6 — отводная трубка с шариком; 7 — контрольный приемник с водой для улавливания газов

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.
 Фенолфталеин по НД, раствор 1 г/дм³ в спирте.
 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Мышьяковистый ангидрид.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: навеску ангидрида массой 0,1320 г растворяют при слабом нагревании в 2—3 см³ раствора гидроксида натрия. Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 30—40 см³ воды, 1—2 капли фенолфталеина и серную кислоту (1:3) до обесцвечивания раствора. К полученному раствору прибавляют 1 г двууглекислого натрия, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б (свежеприготовленный): аликвотную часть 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг мышьяка.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 300 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску селена массой 0,5—2 г (в зависимости от массовой доли мышьяка) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 15—30 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окислов азота.

Снимают стекло (пластинку), обмывают водой над стаканом и нагревают полученный раствор, выпаривают досуха. Стакан с остатком нагревают на плитке при температуре 280—290 °С до удаления двуокиси селена. Для более полного удаления селена стакан помещают на 5—7 мин в предварительно нагретую до 300 °С муфельную печь (или в сушильный шкаф). Приливают 10—12 см³ серной кислоты (1:1) и нагревают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают раствор до паров серной кислоты.

К полученному раствору добавляют 25—30 см³ воды и кипятят. Охлаждают и проводят отделение мышьяка.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Полученный раствор переносят в перегонную колбу (см. чертеж), смывают стенки стакана водой, перенося смывы в перегонную колбу. Затем в колбу помещают кусочек пемзы, добавляют 2—2,5 г гидразина, 0,5—1 г бромистого калия и закрывают колбу насадкой с брызгоуловителем. Другой конец насадки соединяют с водяным холодильником. Через капельную воронку в колбу наливают 70—75 см³ соляной кислоты (объем жидкости не должен быть больше 120 см³).

В приемник для дистиллята наливают 10 см³ воды. Колбу с раствором нагревают до кипения и кипятят до уменьшения объема жидкости до 30—40 см³ (должно отогнаться 60 см³ раствора).

Полученный дистиллят переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3. К раствору, полученному по п. 3.1, прибавляют 1—1,5 г гидразина, кипятят и оставляют на 10—15 мин до коагуляции осадка.

Фильтруют через неплотный фильтр и промывают 3—5 раз водой. Фильтрат переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, приливают трехкратное количество соляной кислоты, содержащей 0,1 моль йодистого калия, и 20—25 см³ четыреххлористого углерода. Встряхивают содержимое воронки 2 мин. После расслоения жидкостей органический слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 100—150 см³.

К оставшемуся в первой делительной воронке солянокислому раствору приливают 20—25 см³ растворителя и встряхивают 2 мин. Второй экстракт присоединяют к первому в другой делительной воронке.

Объединенные экстракты промывают два раза порциями по 10 см³ соляной кислоты (3:1), экстрагируя каждый раз по 1 мин. Затем к экстракту приливают 15—20 см³ воды и встряхивают содержимое воронки в течение 2 мин. Экстракт переливают в другую делительную воронку и повторяют рекстракцию мышьяка с 15—20 см³ воды. Объединенные водные слои помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Из раствора, полученного, как указано в пп. 3.2. и 3.3, отбирают аликвотную часть 20—50 см³ и помещают ее в сухой стакан вместимостью 100—150 см³, приливают 5—10 см³ азотной кислоты и осторожно выпаривают досуха для окончательного удаления остатков азотной кислоты. Затем стакан помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре 130—135 °С в течение 1 ч.

К высушенному остатку приливают 35—40 см³ горячей воды, 4—4,5 см³ восстановительной смеси, нагревают и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 750 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 30 или 50 мм (в зависимости от массовой доли мышьяка).

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу мышьяка устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью по 100—150 см³ помещают 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1 мг мышьяка, добавляют 3—5 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха. К полученному раствору добавляют 35—40 см³ воды, кипятят и далее анализ проводят, как указано в п. 3.2 или 3.3.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю мышьяка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

где m_1 — количество мышьяка, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

| Массовая доля мышьяка, % | Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов | |
|----------------------------|---|--|
| | параллельных определений | полученных в лабораториях разных предприятий |
| От 0,0020 до 0,0050 включ. | 0,0009 | 0,0014 |
| Св. 0,0050 » 0,0100 » | 0,0015 | 0,0020 |
| » 0,010 » 0,030 » | 0,003 | 0,005 |
| » 0,030 » 0,060 » | 0,007 | 0,010 |

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 26.07.2000. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,42. Тираж 104 экз. С 5591. Зак. 663.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102