

## СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Метод определения мышьяка

Vanadium base alloys and alloying elements.  
Method for determination of arsenicГОСТ  
26473.7-85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 751 срок действия установлен

с 01.07.86

до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка (от  $1 \cdot 10^{-3}$  до  $1 \cdot 10^{-1}\%$ ) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более	Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более
Алюминий	50	Молибден	25
Вольфрам	8	Ниобий	25
Железо	5	Титан	25
Кремний	1	Хром	40
Марганец	2,5	Цирконий	3

Метод основан на экстракционном отделении мышьяка от основы в виде  $AsI_3$  с последующей рекстракцией водой, на образовании в водной фазе восстановленной формы мышьяковомолибденовой гетерополиоксида и фотометрировании окраски раствора.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0-85.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



50

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Секундомер.

Воронки делительные вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 25, 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup> с делениями.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup> без делений.

Микробюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см<sup>3</sup>.

Тигли стеклоглеродные марки СУ-2000 вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Стекла часовые диаметром 40 мм.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84 и разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Углерод четыреххлористый, ос. ч.

Калий йодистый, ос. ч, насыщенный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>.

Калий сурьмяновиннокислый, раствор концентрации 3 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота аскорбиновая пищевая, раствор концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: 1,76 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды. Смесь реактивов А (готовят перед употреблением): сливают 12 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 15 см<sup>3</sup> молибдата аммония, 12 см<sup>3</sup> раствора сурьмяновиннокислого калия и 15 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Натрий мышьяковокислый двузамещенный, Na<sub>2</sub>HSO<sub>4</sub> · 12 H<sub>2</sub>O.

Стандартный раствор мышьяка (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> мышьяка (V): 0,420 г двузамещенного 12-водного мышьяковокислого натрия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают.

Раствор мышьяка (рабочий), содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> (10 мкг/см<sup>3</sup>) мышьяка (V), готовят в день употребления разбавлением запасного раствора водой в 100 раз.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г (при массовой доле мышьяка от  $1 \cdot 10^{-3}$  до  $1 \cdot 10^{-2}$  %) или 0,1 г (при массовой

доле мышьяка от  $1 \cdot 10^{-2}$  до  $1 \cdot 10^{-1}$  %) помещают в стеклоуглеродный тигель и растворяют при осторожном нагревании в  $10 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1, в  $3 \text{ см}^3$  фтористоводородной кислоты (при растворении лигатур, содержащих титан, хром, ниобий, вольфрам и цирконий) с 3 каплями раствора марганцовокислого калия. Полученный раствор упаривают на водяной бане досуха.

Остаток растворяют при нагревании в смеси  $7 \text{ см}^3$  концентрированной соляной кислоты и  $5 \text{ см}^3$  этилового спирта, накрыв чашку часовым стеклом. Раствор нагревают до получения ярко-синей окраски (в присутствии хрома цвет раствора ярко-зеленый), переносят в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , приливают  $15 \text{ см}^3$  концентрированной соляной кислоты и доводят до метки водой (основной раствор), который используют для определения фосфора по ГОСТ 26473.9—85.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В делительную воронку вместимостью  $100 \text{ см}^3$  отбирают пипеткой аликвотную часть раствора ( $5 \text{ см}^3$ ), содержащую 0,5—10 мкг мышьяка, приливают  $10 \text{ см}^3$  четыреххлористого углерода,  $3 \text{ см}^3$  насыщенного раствора йодистого калия,  $40 \text{ см}^3$  концентрированной соляной кислоты и встряхивают в течение 2 мин. Органическую фазу (нижний слой) переносят в делительную воронку вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , приливают  $0,5 \text{ см}^3$  насыщенного раствора йодистого калия,  $9,5 \text{ см}^3$  концентрированной соляной кислоты и встряхивают воронку в течение 5 с.

Органическую фазу (нижний слой) переносят в делительную воронку вместимостью  $50 \text{ см}^3$  и рекстрагируют мышьяк  $10 \text{ см}^3$  воды в течение 1 мин.

Рекстракт (верхний слой) переносят в мерную колбу вместимостью  $25 \text{ см}^3$  и добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивого ярко-малинового окрашивания. Через 5 мин добавляют раствор аскорбиновой кислоты до обесцвечивания раствора и  $5 \text{ см}^3$  смеси реактивов А. Объем раствора доводят до метки водой и через 30—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 630 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта.

Контрольный опыт на содержание мышьяка в реактивах проводят через все стадии анализа одновременно с анализом серии проб. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта, измеренное по отношению к воде, не должно превышать 0,05, в противном случае меняют реактивы.

Массу мышьяка находят по градуировочному графику.

#### 4.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают из микробюретки 0,05; 0,1; 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора мышьяка (V), что соответствует 0,5; 1; 5; 10; 15 и 20 мкг мышьяка. Приливают по 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и далее поступают так, как описано в п. 4.1, проводя измерение оптической плотности по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением стандартного раствора мышьяка.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам мышьяка строят градуировочный график.

### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot 10^6},$$

где  $m$  — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, мкг;

$V_1$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески анализируемой пробы, г.

5.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемое расхождение, %
$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$
$5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-2}$

Изменение № 1  
ГОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
УТВЕРЖДЕНО И В  
СССР ПО УПРАВЛ

Раздел 2, За

# Пункт вспомогательных рас- таблиц на 10-10