

Изменение № 2 ГОСТ 15934.9—80 Концентраты медные. Методы определения мышьяка

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 от 21.10.93)

Дата введения 1995—07—01

Вводная часть. Заменить слова и значение: «фотоколориметрический метод» на «фотоколориметрические методы»; 0,5 на 5,0.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 314—76 на ГОСТ 27329—87.

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «**2. Фотоколориметрические методы определения мышьяка**».

Раздел 2. Первый абзац. Заменить слова: «сернокислой среде» на «кислой среде», «из солянокислого раствора в виде трихлорида» на «в виде трихлорида или мышьяковистого водорода»;

дополнить абзацем (после первого): «Метод I».

Пункт 2.1. Заменить слова: «(см. чертеж)» на «(см. черт. 1)»; чертеж дополнить подрисуночной подписью: «Черт. 1».

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции: «2.3.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать величин, приведенных в табл. 1 (см. с. 14).

Раздел 2 дополнить методом II (пп. 2.4—2.6.2):

«Метод II

2.4. Аппаратура, реактивы, растворы
Установка для отгонки мышьяковистого водорода (см. черт. 2).
Фотоэлектроколориметр.

(Продолжение см. с. 14)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 15934.9—80)

Таблица 1

Массовая доля мышьяка. %	Допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений	результатов анализа
От 0,01 до 0,02 включ.	0,003	0,005
Св. 0,02 > 0,04 >	0,005	0,007
> 0,04 > 0,08 >	0,010	0,015
> 0,08 > 0,16 >	0,02	0,03
> 0,16 > 0,30 >	0,04	0,07
> 0,3 > 0,6 >	0,08	0,15
> 0,6 > 1,2 >	0,15	0,25
> 1,2 > 2,4 >	0,25	0,35
> 2,4 > 5,0 >	0,3	0,5

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор 15 моль/дм³.

Иод, раствор 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) по ГОСТ 25794.2—83.

Цинк гранулированный по ГОСТ 3640—79.

Натрий серноокислый по ГОСТ 4166—76.

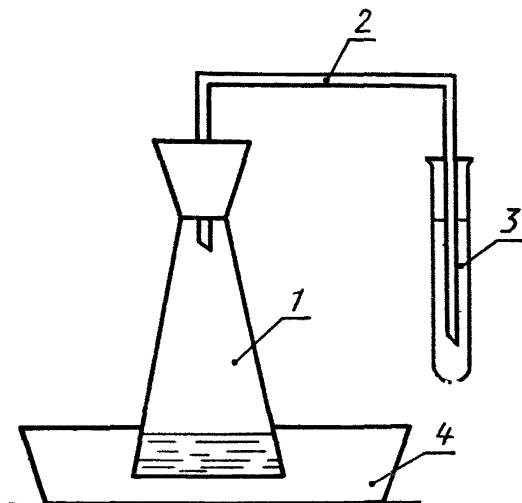
Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201—79, раствор 3 моль/дм³.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор 20 и 1 моль/дм³.

(Продолжение см. с. 15)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 15934.9—80)

Натрия тиосульфат по ГОСТ 25794.2—83, раствор 0,01 моль/дм³ (0,01 н.).
Гидразин сернистый по ГОСТ 5841—74, раствор 15 моль/дм³.
Фенолфталеин, 0,1 %-ный спиртовой раствор.
Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор 1 моль/дм³:



1 — колба с реакционной смесью; 2 — отводная трубка; 3 — пробирка, заполненная раствором йода; 4 — емкость с охлаждающей смесью

Черт. 2

1 г соли растворяют в 30—40 см³ воды, добавляют 50 см³ раствора серной кислоты 15 моль/дм³ и доводят водой до 100 см³.

Олово двухлористое, раствор 20 моль/дм³:

20 г соли помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты, нагревают до полного растворения, доводят водой до объема 100 см³.

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973—77.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,132 г мышьяковистого ангидрида растворяют в 2 см³ раствора гидроксида натрия 1 моль/дм³, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 100 см³.

1 см³ раствора А содержит 1 мг мышьяка.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг мышьяка.

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

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг мышьяка.

Восстановительная смесь: 40 см³ раствора молибденовокислого аммония в 32 см³ раствора сернистого гидразина помещают в мерную колбу вмести-

(Продолжение см. с. 16)

мостью 200 см³ и доливают водой до метки. Применяют свежеприготовленную смесь.

2.5. Проведение анализа

Навеску медного концентрата массой 0,1—0,5 г в зависимости от содержания мышьяка (табл. 1а) помещают в стакан вместимостью 300 см³, смачивают небольшим количеством воды, приливают 20 см³ азотной кислоты (1:1). Стакан прикрывают часовым стеклом и упаривают при температуре 200 °С на электрической бане до объема 5—7 см³, затем стекло смывают небольшим количеством воды, добавляют 15 см³ серной кислоты (1:1). Продолжают упаривать до выделения паров серного ангидрида.

Таблица 1а

Массовая доля мышьяка, %	Исходная навеска, г	Разбавление, см ³	Аликвотная часть, см ³
0,4	0,5	100	5
1,0	0,2	100	5
3,5	0,2	200	2
5,0	0,1	200	2

Снимают стакан, охлаждают, стенки обмывают небольшим количеством воды и повторяют упаривание до выделения паров.

Стакан снимают с бани, охлаждают, добавляют 40 см³ воды и кипятят до полного растворения сульфатов. Снова охлаждают, содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу и перемешивают. Отфильтровывают небольшую часть раствора, отбирают аликвотную часть в зависимости от содержания мышьяка (табл. 1а) и помещают в колбу перегонного аппарата, добавляют 5 см³ соляной кислоты, 1 см³ раствора иодистого калия, 1 см³ раствора хлористого олова, 3 см³ раствора серной кислоты (1:2) и до 30 см³ доводят водой.

После добавления каждого реактива раствор хорошо перемешивают, подогревают в течение 5 мин на водяной бане. Охлаждают до 18—20 °С, помещая колбу с раствором в холодильник, заполненный холодной водой (температура 14—16 °С), затем вносят в колбу 2 г металлического цинка и колбу быстро закрывают пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опущен в приемник-ловушку. В приемник-ловушку заранее добавляют 2 см³ раствора кислого углекислого натрия и 7—10 см³ раствора йода. Выделившийся мышьяковистый водород в приемнике окисляется йодом до мышьяковой кислоты. Отгонка мышьяковистого водорода длится 40—60 мин.

После окончания отгонки газоотводную трубку отсоединяют от перегонной колбы, содержимое приемника переносят в стакан вместимостью 100 см³. Пробирку и газоотводную трубку смывают, собирая в этот же стакан. Вносят в стакан 2 г безводного сульфата натрия и 2 см³ 10 %-ной серной кислоты. Стакан помещают на водяную баню и отгоняют избыток йода в течение 20—30 мин. После охлаждения оставшийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия до исчезновения желтой окраски. Затем добавляют одну каплю фенолфталеина и нейтрализуют 20 %-ным раствором гидроксида натрия до малиновой окраски индикатора и снова до обесцвечивания 10 %-ным раствором серной кислоты. Приливают 15—20 см³ восстановительной смеси, помещают стакан на водяную баню на 20—30 мин до образования сини. Стакан охлаждают в проточной воде, затем переносят содержимое в мерную колбу

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 15934.9—80)

вместимостью 100 см³, хорошо перемешивают и через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 655 нм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Параллельно с пробами анализируют аликвотную часть (10 см³ стандартного раствора мышьяка). Для этого 10 см³ раствора В помещают в перегонную колбу, добавляют 5 см³ соляной кислоты, 1 см³ раствора йодистого калия, 1 см³ раствора хлористого олова и проводят анализ, как указано выше.

2.6. Обработка результатов

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

(Продолжение см. с. 18)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 15934.9—80)

$$X = \frac{C \cdot \gamma_1 \cdot 100}{\gamma_2 \cdot m \cdot 1000} ,$$

где C — содержание мышьяка в аликвотной части стандартного раствора, мг;

γ_1 — светопоглощение пробы;

γ_2 — светопоглощение стандартного раствора;

m — масса навески концентрата, г.

2.6.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать величин, приведенных в табл. 1а».

(ИУС № 4 1995 г.)