

ГОСТ 15483.3—78

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ОЛОВО

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

Издание официальное

Б3 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ОЛОВО

ГОСТ
15483.3-78

Методы определения мышьяка

(СТ СЭВ 4812-84)

Tin.

Methods for determination of arsenic

ОКСТУ 1709

Дата введение 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения мышьяка (при массовой доле мышьяка от 0,001 до 0,25 %), объемный метод определения мышьяка (при массовой доле от 0,001 до 1 %) и визуальный колориметрический метод определения мышьяка (при массовой доле мышьяка от 0,00001 до 0,0001 %).

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4812 в части фотометрических методов.

(Измененная редакция, Изд. № 2, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 15483.0.
(Измененная редакция, Изд. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ОТДЕЛЕНИЕМ
Мышьяка в виде арсина

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной, азотной и серной кислотах, отгонке мышьяка в виде арсина из солянокислого раствора и последующем измерении оптической плотности мышьяково-молибденовой гетерополикислоты на спектрофотометре при длине волн 840 нм или фотоэлектроколориметре в интервале длин волн от 620 до 660 нм.

(Измененная редакция, Изд. № 2).

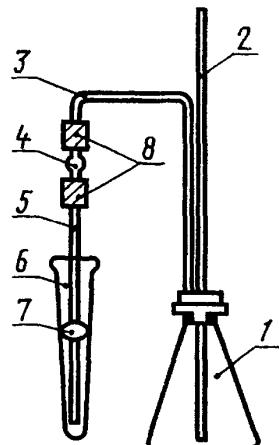
2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Установка для отгонки мышьяка (см. чертеж), состоящая из конической дистилляционной колбы 1 со шлифовым соединением вместимостью 100 см³; предохранительной трубы 2 диаметром 3 мм, длиной 300 мм; соединительной трубы 3 диаметром 3 мм (длина вертикальных колен 150 и 250 мм, горизонтального — 80 мм); стеклянной трубы 4 длиной 50 мм, диаметром 3 мм с расширенной частью диаметром 20 мм (этую часть трубы заполняют ватой, пропитанной раствором уксуснокислого свинца; затем невышную вату заменяют свежей); трубы 5 диаметром 3 мм и длиной 150 мм, заканчивающейся в нижней части капилляром диаметром 0,5 мм; пробирки приемника 6 с носиком длиной 150 мм и диаметром в верхней части 15 мм (вместимостью нижнего суженного конца 1,5 см³); стеклянного кольца 7 высотой 8 мм; резиновой соединительной трубки 8.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.



Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 0,5 моль/дм³, 3 моль/дм³, 1:1 и 1:4.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 1 моль/дм³, перед употреблением фильтруют.

Смесь соляной и азотной кислот для растворения в соотношении 3:1, свежеприготовленная.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 15 %.

Цинк металлический гранулированный, без мышьяка.

Ртуть хлорная (сулфема), раствор с массовой долей 1,5 %.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,02 моль/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор: 1 г соли растворяют в 100 см³ раствора серной кислоты 3 моль/дм³.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор с массовой долей 0,25 %, свежеприготовленный.

Смесь реакционная; готовят перед употреблением: смешивают 50 см³ раствора молибденово-кислого аммония и 10 см³ раствора сернокислого гидразина и разбавляют водой до 100 см³.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор с массовой долей 5 %.

Вата, пропитанная раствором уксуснокислого свинца и высущенная.

Мышьяка трехокись.

Растворы мышьяка стандартные.

Раствор А: 0,0332 г трехокиси мышьяка растворяют в 2 см³ раствора гидроокиси натрия, приливают 20 см³ воды, 3 см³ раствора серной кислоты 0,5 моль/дм³, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1·10⁻⁴ г мышьяка.

Раствор Б; готовят в день применения: 10,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 1·10⁻⁵ г мышьяка.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску олова массой, приведенной в табл. 1а, помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ свежеприготовленной смеси кислот, закрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения навески. После обесцвечивания к раствору приливают еще 2 см³ смеси кислот, 6 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения паров серного ангидрида. Охлаждают, обмывают стенки стакана водой, перемешивают и снова выпаривают до выделения паров серного ангидрида. Вязкую массу сульфата четырехвалентного олова растворяют в 10 см³ воды и, если массовая доля мышьяка превышает 0,005 %, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, обмывают стакан и доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:4, перемешивают.

Аликовтную часть раствора, отобранную в соответствии с табл. 1а, переносят в дистилляционную колбу. При использовании всего раствора или аликовтной части объемом 10 см³ добавляют 5 см³ воды, при использовании аликовтной части объемом 5 см³ добавляют 5 см³ раствора серной кислоты (1:4) и 5 см³ воды. К раствору в колбе приливают 15 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора йодистого калия и оставляют на 20 мин.

Таблица 1а

Массовая доля мышьяка, %	Масса навески, г	Объем аликовтной части раствора, см ³
До 0,005	1	Весь раствор
Св. 0,005 » 0,06	1	10
» 0,06 » 0,25	0,5	5

Одновременно готовят поглотительный раствор: в пробирку прибора вводят 0,4 см³ 3 моль/дм³ раствора серной кислоты, 2 см³ раствора сулемы и две капли раствора марганцовокислого калия.

Через 20 мин в колбу прибора добавляют 5 г цинка и быстро закрывают пробкой с отводной трубкой, внешний конец которой оттянут в капилляр. Этим капилляром трубку предварительно вставляют в пробирку с поглотительной жидкостью и выделяющийся газ в течение 1 ч пропускают через поглотитель. По мере обесцвечивания поглотительного раствора добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до получения первоначальной окраски раствора.

По окончании отгонки прибор разбирают, капилляр оставляют в поглотительной жидкости, которая должна сохранять розовое окрашивание. Из приемника растворов переводят в колбу вместимостью 100 см³, в три приема обмывают приемник и капилляр 4 см³ реакционной смеси и 35 см³

воды. Колбу с раствором помещают в кипящую воду на 15 мин, затем охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волн 840 нм или на фотоколориметре, пользуясь светофильтром с областью пропускания от 620 до 660 нм и кюветами с оптимальной толщиной слоя. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта (см. п. 2.3.2).

Массу мышьяка в растворе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми колб вместимостью 100 см³ приливают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 и 0,07 мг мышьяка. При перемешивании приливают к раствору 0,4 см³ 3 моль/дм³ раствора серной кислоты, 2 см³ раствора сулемы, две капли марганцовокислого калия и воду до 40 см³.

Колбы с растворами выдерживают на кипящей водяной бане 5 мин, охлаждают в проточной воде, приливают 4 см³ реакционной смеси и вновь нагревают в кипящей воде 15 мин. Затем растворы в колбах охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 50 см³, доводят до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов как в п. 2.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора мышьяка.

По найденным значениям оптической плотности и известным содержаниям мышьяка строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески олова, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,003	0,0004
Св. 0,003 » 0,005	0,0006
» 0,005 » 0,01	0,0015
» 0,01 » 0,02	0,0025
» 0,02 » 0,03	0,003
» 0,03 » 0,06	0,005
» 0,06 » 0,1	0,008
» 0,1 » 0,25	0,015

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ВИЗУАЛЬНЫЙ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на визуальном колориметрировании молибденовой сини, образующейся при взаимодействии пятивалентного мышьяка с молибденокислым аммонием в присутствии восстановителя — сернокислого гидразина. Мышьяк предварительно отделяют отгонкой в виде арсина.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Прибор для отгонки мышьяка (см. чертеж).

Цилиндры для колориметрирования с притертymi пробками.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262, растворы 1 моль/дм³ и 3 моль/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 1 моль/дм³ раствор (перед употреблением фильтруют).

Смесь соляной и азотной кислот для растворения в соотношении 3:1.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 15 %.

Цинк металлический гранулированный, без мышьяка.

Ртуть хлорная (сулема), раствор с массовой долей 1,5 %.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,02 моль/дм³.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, дважды перекристаллизованный: 70 г соли растворяют в 200 см³ горячей воды и дважды фильтруют через один и тот же фильтр. К раствору приливают 200 см³ этилового спирта, оставляют на 1 ч и затем фильтруют через воронку с вакуумом. Полученную соль вновь растворяют и повторяют кристаллизацию, затем промывают на воронке 3—4 раза водой со спиртом и сушат на воздухе.

1 г соли растворяют в 100 см³ раствора серной кислоты 1 моль/дм³.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор с массовой долей 0,25 %.

Смесь молибденовая; готовят перед применением: смешивают 10 см³ раствора сернокислого гидразина, 10 см³ раствора молибденовокислого аммония и разбавляют водой до 100 см³.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор с массовой долей 5 %.

Вата, пропитанная раствором уксуснокислого свинца с массовой долей 5 % и высушеннная.

Ангидрид мышьяковистый.

Растворы мышьяка стандартные.

Растворы А и Б с массовой концентрацией мышьяка 1·10⁻⁴ и 1·10⁻⁵ г/см³ соответственно готовят, как в п. 2.2, применяя серную кислоту особой чистоты.

Раствор В: 10 см³ раствора Б количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 мг мышьяка.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску олова массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и проводят разложение пробы, как описано в п. 2.3.1. Сульфат четырехвалентного олова растворяют в 10 см³ воды и переносят раствор в дистилляционную колбу прибора, обмывая стакан 5 см³ воды в три приема. К раствору приливают 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см³ йодистого калия и оставляют на 20 мин.

Одновременно готовят поглотительный раствор: в пробирку прибора вводят 0,2 см³ раствора 3 моль/дм³ серной кислоты, 1 см³ раствора сулемы и две капли раствора марганцовокислого калия.

По истечении 20 мин в колбу прибора добавляют 5 г цинка, быстро закрывают колбу пробкой, снабженной отводной трубкой с капилляром на конце, который предварительно опускают в пробирку с поглотительной жидкостью. Выделяющийся газ в течение 1 ч пропускают через поглотитель. Если раствор обесцветится, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до получения первоначальной окраски раствора.

В это же время готовят градуировочные растворы. В цилиндры с притертными пробками вместимостью 25 см³, имеющими одинаковый диаметр, отбирают 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 см³ стандартного раствора В, приливают воду до получения объема 2 см³, 0,2 см³ 3 моль/дм³ раствора серной кислоты, 1 см³ раствора сулемы и одну каплю марганцовокислого калия.

Цилиндры опускают в кипящую водяную баню на 5 мин и затем охлаждают в проточной воде.

Через 1 ч разбирают прибор. Капилляр оставляют в поглотительной жидкости (последняя должна сохранять розовый цвет). Жидкость переводят из приемника в цилиндр с притертой пробкой, в три приема обмывают приемник и капилляр 5 см³ молибденовой смеси и еще 2 см³ воды.

Все цилиндры с градуировочными растворами приливают по 5 см³ молибденовой смеси. Цилиндры с испытуемыми и градуировочными растворами (совершенно бесцветными) помещают на 15 мин в кипящую воду, после чего охлаждают в проточной воде.

Все цилиндры автоматической пипеткой приливают по 1 см³ изоамилового спирта, закрывают пробками и энергично взбалтывают в течение 15 с.

После расслоения жидкостей синие окраски спиртовых слоев испытуемых и градуировочных растворов сравнивают в отраженном свете на белом фоне, наблюдая сбоку. Через все стадии анализа параллельно с пробами проводят два контрольных опыта на загрязнение реактивов, которые учитывают при обработке результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) 100}{m},$$

где m_1 — масса мышьяка в анализируемом растворе, найденная при сравнении с градуировочными растворами, г;

m_2 — масса мышьяка в растворе контрольного опыта, найденная при сравнении с градуировочными растворами, г;

m — масса навески олова, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,00001 до 0,00002	0,000005
Св. 0,00002 » 0,00005	0,00001
» 0,00005 » 0,0001	0,00002

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ОТДЕЛЕНИЕМ Мышьяка в виде хлорида

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси с соляной, азотной и серной кислот, дистилляции хлористого мышьяка с последующим измерением оптической плотности мышьяково-молибденовой гетерополикислоты на спектрофотометре при длине волн 840 нм или фотоэлектроколориметре в интервале длин волн от 620 до 660 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Аппарат для дистилляции мышьяка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:1, свежеприготовленная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 3 моль/дм³ и 1:1.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор с массовой долей 0,3 %, свежеприготовленный.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %; хранят в полиэтиленовой посуде.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 1 %.

Масса пористая, не содержащая мышьяка и окисляющих веществ.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, при необходимости очищенный: 70 г соли растворяют в 400 см³ горячей воды и раствор фильтруют через плотный фильтр. В раствор добавляют 250 см³ этилового спирта и через 2 ч кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера. Полученный молибденовокислый аммоний снова растворяют и кристаллизацию повторяют. Кристаллы соли сушат на воздухе.

Аммоний молибденовокислый, раствор: 1 г соли растворяют в 100 см³ раствора серной кислоты 3 моль/дм³.

Смесь реакционная: 50 см³ раствора молибденовокислого аммония разбавляют водой до 450 см³, прибавляют 5 см³ раствора сернокислого гидразина, доводят водой до 500 см³ и перемешивают. Смесь готовят перед применением.

Мышьяка трехокись.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,0332 г трехокиси мышьяка растворяют в стакане вместимостью 100 см³ в 2 см³ раствора гидроокиси натрия, приливают 20 см³ воды, 3 см³ раствора серной кислоты 3 моль/дм³, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: 10,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор Б готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг мышьяка.

(Измененная редакция, Изд. № 3).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску олова массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 10 см³ смеси кислот, закрывают стакан часовым стеклом. После обесцвечивания раствора приливают еще 2 см³ смеси кислот, 10 см³ раствора серной кислоты (1:1), снимают часовое стекло и выпаривают до обильного выделения паров серного ангидрида. После охлаждения сернокислые соли растворяют в 10 см³ воды и содержимое стакана переносят в дистилляционную колбу, ополаскивая стакан водой. Объем раствора доводят водой примерно до 50 см³, добавляют несколько кусочков пористой массы, 3 г сернокислого гидразина, 1 г бромистого калия и присоединяют колбу к дистилляционному прибору. В колбу через воронку приливают 75 см³ соляной кислоты и отгоняют 2/3 первоначального объема. Дистилят собирают в высокий стакан, в который наливают 25 см³ раствора перекиси водорода. Затем дистилят переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 15 см³ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли мышьяка отбирают в высокий стакан вместимостью 150 см³ аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 3.

Аликвотную часть раствора выпаривают на

кипящей водяной бане досуха. Стакан переносят в сушильный шкаф и сушат при температуре 130 °С в течение 1 ч. К охлажденному остатку добавляют 30 см³ реакционной смеси и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят реакционной смесью до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре в интервале длин волн от 620 до 660 нм или спектрофотометре при длине волны 840 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массу мышьяка в растворе находят по градуировочному графику.

4.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти стаканов вместимостью 50 см³ отбирают 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,004; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1 и 0,12 мг мышьяка. Во все стаканы наливают по 5 см³ азотной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха, затем помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре 130 °С в течение 1 ч. Далее поступают, как указано в п. 4.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора мышьяка.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массовым долям мышьяка строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса мышьяка в растворе, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески олова, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Разд. 4. (Введен дополнительно, Изд. № 2).

5. ОБЪЕМНЫЙ БИХРОМАТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в кислоте, восстановлении мышьяка до элементарного гипофосфитом натрия в солянокислом растворе и обратном титровании избытка соли Мора бихроматом калия в присутствии фенилантраниловой кислоты в качестве индикатора.

5.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:9.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 5 %.

Натрий двухуглекислый по ГОСТ 4201.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь кислот: 150 см³ концентрированной серной кислоты приливают к 500 см³ воды, охлаждают, приливают 150 см³ ортофосфорной кислоты и доливают водой до 1 дм³.

Железо карбонильное.

Соль Мора (двойная сернокислая соль закиси железа и аммония) по ГОСТ 4208, раствор концентрации 0,02 моль/дм³; готовят растворением 38,5 г соли Мора в 5 дм³ воды, содержащей 250 см³ концентрированной серной кислоты.

Дифениламин по НТД, раствор; готовят следующим образом: 1 г дифениламина смачивают 3—5 см³ воды и растворяют в 100 см³ концентрированной серной кислоты.

Фенилантраниловая кислота, раствор; готовят следующим образом: 0,1 г двухуглекислого натрия растворяют в 20—40 см³ воды, добавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты, нагревают, охлаждают и разбавляют водой до 100 см³.

Промывная жидкость: к 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, добавляют 1 г гипофосфита натрия.

Двухромовокислый калий по ГОСТ 422, раствор концентрации 0,003 моль/дм³.

Установка массовой концентрации раствора двухромовокислого калия.

В 3—4 колбы вместимостью 250 см³ с клапанами Бунзена помещают по 0,05 г чистого металлического железа, по 0,5 г натрия двухуглекислого и растворяют в 40—50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9. После растворения железа раствор слегка кипятят и охлаждают, не снимая пробки. Затем раствор быстро разбавляют водой до 200 см³, приливают 25 см³ смеси кислот, две капли раствора дифениламина и титруют раствором двухромовокислого калия до устойчивого сине-фиолетового окрашивания раствора.

Молярную концентрацию (*M*) двухромовокислого калия вычисляют по формуле

$$M = \frac{m \cdot 1000}{V_0 M'},$$

где *m* — масса навески металлического железа, равная 0,05 г;

V₀ — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

M' — молярная масса эквивалента железа, равная 55,85 г/моль.

Массовую концентрацию раствора (*C*) вычисляют по формуле

$$C = M \cdot 0,015,$$

где *M* — молярная концентрация двухромовокислого калия;

0,015 — количество мышьяка, соответствующее 1 см³ раствора двухромовокислого калия концентрации 0,17 моль/дм³.

5.3. Проведение анализа

Навеску олова массой 0,5—5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. Для разложения навески приливают 20 см³ концентрированной серной кислоты или 40 см³ концентрированной соляной кислоты. При разложении навески в соляной кислоте добавляют раствор перекиси водорода, не допуская отсутствия окислителя. После растворения навески раствор кипятят до удаления избытка окислителя, охлаждают, приливают 50 см³ воды и тщательно перемешивают, приливают равный объем концентрированной соляной кислоты, 2—3 г гипофосфита натрия, закрывают колбу обратным холодильником и нагревают до кипения. Слабое кипение поддерживают в течение 30 мин, после чего раствор оставляют на теплой плите до полной коагуляции осадка. Раствор с осадком охлаждают в проточной воде и отфильтровывают осадок через тампон из фильтробумажной массы, промывая колбы и осадок 5—6 раз промывной жидкостью, а затем 8—10 раз раствором хлористого аммония с массовой долей 5 %.

Осадок мышьяка вместе с фильтробумажной массой количественно переносят в колбу, где велось осаждение, приливают 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9, и растворяют при энергичном встряхивании в избытке двухромовокислого калия, приливая его из бюretки по 10—30 см³ (в зависимости от содержания мышьяка). После растворения мышьяка из бюretки приливают раствор соли Мора до исчезновения желтой окраски двухромовокислого калия и некоторый избыток (20—30 см³). Далее прибавляют 3—4 капли раствора фенилантраниловой кислоты и титруют избыток

соли Мора раствором двухромовокислого калия 0,003 моль/дм³ до появления розового окрашивания раствора.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V - V_1) C \cdot 100}{m},$$

где V — общий объем раствора двухромовокислого калия, израсходованного на растворение мышьяка и титрование избытка соли Мора, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованного на титрование такого же количества соли Мора, какое было прибавлено к анализируемому раствору, см³.

П р и м е ч а н и е . Количество двухромовокислого калия, израсходованное на титрование соли Мора, устанавливают следующим образом: из бюретки приливают в колбу вместимостью 250 см³ такое же количество соли Мора, какое было прибавлено к анализируемому раствору (20—30 см³), прибавляют 50 см³ серной кислоты разбавленной 1:9, 3—4 капли раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором двухромовокислого калия до появления розового окрашивания раствора,

C — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия по мышьяку, г/см³;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля мышьяка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,005	0,0005	Св. 0,06 до 0,1	0,01
Св. 0,005 » 0,01	0,001	» 0,1 » 0,2	0,02
» 0,01 » 0,02	0,003	» 0,2 » 0,3	0,03
» 0,02 » 0,04	0,005	» 0,3 » 0,6	0,06
» 0,04 » 0,06	0,008	» 0,6 » 0,8	0,08
		» 0,8 » 1,0	0,09

Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Баев, Т.П. Алманова, Г.М. Власова, В.С. Мешкова, Л.В. Мищенко, Л.Д. Савилова, Р.Д. Тресницкая

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.12.78 № 3300

3. Стандарт соответствует СТ СЭВ 4812—84 в части фотометрических методов

4. ВЗАМЕН ГОСТ 15483.3—70

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 200—76	5.2	ГОСТ 4461—77	2.2; 4.2
ГОСТ 422—75	5.2	ГОСТ 5830—79	3.2
ГОСТ 1027—67	2.2; 3.2	ГОСТ 5841—74	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 4.2; 5.2	ГОСТ 6552—80	5.2
ГОСТ 3765—78	2.2; 3.2; 4.2	ГОСТ 6709—72	3.2
ГОСТ 3773—72	5.2	ГОСТ 10929—76	4.2; 5.2
ГОСТ 4160—74	4.2	ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 4201—79	5.2	ГОСТ 14261—77	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 4.2; 5.2	ГОСТ 14262—78	3.2
ГОСТ 4208—72	5.2	ГОСТ 15483.0—78	1.1
ГОСТ 4232—74	2.2; 3.2	ГОСТ 18300—87	3.2; 4.2
ГОСТ 4328—77	2.2; 3.2; 4.2	ГОСТ 20490—75	2.2; 3.2

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1984 г., октябре 1985 г., июне 1989 г. (ИУС 12—84, 1—86, 10—89)

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *О Н Власова*
Корректор *Е Ю Митрофанова*
Компьютерная верстка *Л А Круговой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 26 04 99 Подписано в печать 07 06 99 Усл печ л 1,40 Уч -изд л 1,03
Тираж 131 экз С2967 Зак 478

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов -- тип "Московский печатник", Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102