

ФЕРРОМОЛИБДЕН**Метод определения содержания мышьяка**Ferromolybdenum. Method for the determination
of arsenic content**ГОСТ****13151.11—77****Взамен
ГОСТ 13151.11—67**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 22 декабря 1977 г. № 3005 срок действия установлен

с 01.01. 1979 г.
до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения содержания мышьяка (при массовой доле мышьяка от 0,005 до 0,05%).

Метод основан на образовании мышьяково-молибденовой кислоты и последующем восстановлении ее в хлорнокислой среде сернокислым гидразином до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на спектрофотометре при $\lambda_{\text{опт}}$ 840 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 590—670 нм. Мышьяк предварительно отделяют от мешающих элементов отгонкой в виде треххлористого мышьяка из 3,5 н. раствора соляной кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75 со следующим дополнением.

1.2. Пробы отбирают по ГОСТ 20279—74 или другими методами, обеспечивающими точность отбора, указанную в этом стандарте.

1.3. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.



2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Прибор для отгонки мышьяка по ГОСТ 14204—69 или иной конструкции.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 2:3 и 1:3.

Кислота хлорная, 57%-ный раствор.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—72, перекристаллизованный из спиртового раствора. Перекристаллизацию производят следующим образом: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 мл воды при нагревании до 80°C. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 мл 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 и высушивают на воздухе.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74 и 0,15%-ный раствор.

Смесь хлорномолибдатная; готовят следующим образом: 5 г молибдата аммония растворяют в 100 мл воды при нагревании и охлаждают. В стакан вместимостью 1 л вливают 500 мл воды, добавляют 230 мл хлорной кислоты плотностью 1,51 г/см³, перемешивают и постепенно (при взбалтывании) вводят раствор молибдата аммония. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают. Реактив содержит приблизительно 0,4% трехоксида молибдена в 2 н. растворе хлорной кислоты.

Гидроокись натрия (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, 5%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,132 г трехоксида мышьяка растворяют в 5 мл 5%-ного раствора гидроокиси натрия, разбавляют водой до 200 мл и прибавляют серную кислоту, разбавленную 1:1, до нейтральной реакции по лакмусу. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,0001 г мышьяка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,00001 г мышьяка.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески ферромолибдена определяют в зависимости от содержания мышьяка по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля мышьяка, %	Масса навески ферромолибдена, г
Ог 0,005 до 0,010	0,50
Св. 0,010 " 0,020	0,25
" 0,020 " 0,050	0,10

Навеску ферромолибдена помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 30 мл азотной кислоты, разбавленной 1:3, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески со стакана снимают часовое стекло, которое предварительно обмывают небольшим количеством воды, приливают 10 мл серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления паров серной кислоты.

Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. После охлаждения раствора приливают 15 мл соляной кислоты и 50 мл воды. Раствор количественно переносят в дистилляционную колбу, стакан ополаскивают 10 мл соляной кислоты, присоединяя ее к основному раствору. В дистилляционную колбу прибавляют 0,5 г бромистого калия, 0,5 г сернокислого гидразина и медленно отгоняют хлористый мышьяк. Дистиллят собирают в стакан-приемник, куда предварительно вливают 50 мл воды. Отгонку продолжают до тех пор, пока в приемник не перейдет $\frac{2}{3}$ первоначального объема раствора.

Дистиллят переносят в стакан вместимостью 300 мл. Стенки приемника ополаскивают 15 мл азотной кислоты, разбавленной 2:3. Небольшим количеством воды ополаскивают барботер, собирая промывную жидкость в тот же стакан. Раствор выпаривают досуха (при слабом нагревании), а затем выдерживают в сушильном шкафу при $130 \pm 10^\circ\text{C}$ в течение 30—40 мин. К сухому остатку прибавляют 20 мл хлорномолибдатной смеси и 1 мл раствора сернокислого гидразина, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают раствор на кипящей водяной бане в течение 15—20 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, ополаскивают стенки стаканов хлорномолибдатной смесью, доливают этой же смесью до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при $\lambda_{\text{опт}}$ 840 нм или фотоэлектроколориметре в области

светопропускания 590—670 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Содержание мышьяка находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.2. Построение градуировочного графика

В пять стаканов вместимостью по 50 мл помещают 1, 2, 3, 4 и 6 мл стандартного раствора Б. Шестой стакан, не содержащий стандартного раствора Б, служит для проведения контрольного опыта на содержание мышьяка в реактивах. Прибавляют в каждый стакан по 15 мл азотной кислоты, разбавленной 2:3, выпаривают растворы почти досуха и выдерживают в сушильном шкафу при $130 \pm 10^\circ\text{C}$ в течение 30—40 мин. Далее анализ ведут как указано в п. 3.1. По найденным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_1 — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,008	0,003
Св. 0,008 " 0,020	0,005
" 0,020 " 0,050	0,008

Изменение № 1 ГОСТ 13151.11—77 Ферромolibден. Метод определения содержания мышьяка

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 03.12.87 № 4366

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, л на дм³.

Вводная часть. Заменить слова: «из 3,5 н. раствора» на «из 3,5 моль/дм³ раствора».

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 20279—74 на ГОСТ 26201—84, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

Раздел 2. Заменить слова и ссылку: «0,15 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1,5 г/дм³»; «0,4 % трехокси молибдена в 2 н. растворе» на «4 г/дм³ трехокси молибдена в 2 моль/дм³ растворе»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³»; ГОСТ 3765—72 на ГОСТ 3765—78; исключить слова: «плотностью 1,51 г/см³» и «5 %-ного»;

одиннадцатый, двенадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87».

Пункт 3.1. Последний абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массу».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,010 включ.	0,003
Св. 0,010 > 0,020 >	0,005
> 0,020 > 0,050 >	0,008

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 13151.2—77	Ферромолибден. Метод определения содержания вольфрама	1
ГОСТ 13151.3—77	Ферромолибден. Метод определения содержания углерода	5
ГОСТ 13151.6—77	Ферромолибден. Метод определения содержания фосфора	7
ГОСТ 13151.7—77	Ферромолибден. Метод определения содержания меди	13
ГОСТ 13151.8—77	Ферромолибден. Методы определения содержания цинка, свинца и висмута	16
ГОСТ 13151.9—77	Ферромолибден. Метод определения содержания олова	22
ГОСТ 13151.10—77	Ферромолибден. Метод определения содержания сурьмы	25
ГОСТ 13151.11—77	Ферромолибден. Метод определения содержания мышьяка	28

Редактор *Т. В. Смька*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 04.01.78 Подп. в печ. 17.03.78 2,0 п. л. 2,03 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 115