

КАДМИЙ

Метод определения мышьяка

ГОСТ
12072.5—79

Cadmium. Method of arsenic determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка (при его массовой доле от 0,0005 % до 0,005 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 923.

Метод основан на экстрагировании трехвалентного мышьяка четыреххлористым углеродом и последующем измерении светопоглощения восстановленного комплекса с молибденовокислым аммонием при длинах волн 830 нм или 660—680 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12072.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная от мышьяка: в 500 см³ соляной кислоты растворяют 10 г йодистого калия. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1 дм³, прибавляют 25 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Отстоявшийся органический слой сливают. Экстракцию с 25 см³ четыреххлористого углерода повторяют. Кислоту очищают в день применения.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

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

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор 2 моль/дм³.

Титан треххлористый по ТУ 6—09—01—756.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1 г/дм³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 10 г/дм³, готовят на растворе серной кислоты 3 моль/дм³.

Гидразин сернистый по ГОСТ 5841, раствор 1,5 г/дм³.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Оксид мышьяка (III) по ГОСТ 1973.

Стандартные растворы мышьяка:

Раствор А: 0,132 г оксида мышьяка (III) растворяют в 5 см³ раствора гидроксида натрия, добавляют 10 см³ воды, 10 см³ раствора серной кислоты 3 моль/дм³, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: 5 см³ раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 см³ до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг мышьяка.
Раздел 2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кадмия массой 2,000 г (при массовой доле мышьяка до 0,001 %) или 1,000 г (при массовой доле мышьяка св. 0,001 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты. Приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают, обмывают стенки колбы 2—3 см³ воды и выпаривание повторяют. К остатку приливают 20 см³ воды, нагревают до растворения солей и охлаждают.

К раствору прибавляют по каплям раствор треххлористого титана до сиреневой окраски и дают избыток его 0,2 см³. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, колбу обмывают 80 см³ соляной кислоты, очищенной от мышьяка, приливают 20 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз экстракт сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см³, а в первую делительную воронку приливают еще 20 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают 2 мин. Водную фазу отбрасывают. Объединенные экстракты промывают 20 см³ очищенной соляной кислоты, встряхивая в течение 30 с. Экстракты сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ воды, рекстрагируют мышьяк 1 мин. Органический слой переводят в другую делительную воронку и рекстракцию мышьяка 10 см³ воды повторяют.

Объединенные рекстракты помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски раствора. Через 4—5 мин прибавляют 2 см³ раствора молибденовокислого аммония, раствор кипятят 1—2 мин, а затем добавляют по каплям раствор сернистого гидразина до обесцвечивания раствора и дают избыток его 1 см³. Раствор кипятят 5 мин, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Светопоглощение измеряют в соответствующей кювете на спектрофотометре при длине волны 830 нм или на фотоэлектроколориметре в области длин волн 660—680 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Содержание мышьяка устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести стаканов вместимостью 100 см³ отмеривают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б мышьяка (что соответствует 10; 20; 30; 40; 50 мкг мышьяка), в каждый стакан приливают по 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления паров серной кислоты. Далее поступают, как указано в п. 3.1. По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям мышьяка строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю мышьяка (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m — масса навески, г;

m_1 — количество мышьяка, найденное в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику, мкг.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 * 0,0030 *	0,0003	0,0004
* 0,0030 * 0,0050 *	0,0005	0,0006

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.08.79 № 3230
3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 923—78
4. ВЗАМЕН ГОСТ 12072.5—71
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1973—77	2	ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 5841—74	2
ГОСТ 3765—78	2	ГОСТ 12072.0—79	1.1
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 20288—74	2
ГОСТ 4232—74	2	ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 4328—77	2	ТУ 6—09—01—756—88	2

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1984 г, июле 1990 г. (ИУС 12—84, 11—90)