

Группа Л59

Изменение № 2 ГОСТ 10485—75 Реактивы. Методы определения содержания примеси мышьяка

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 16.12.91 № 1965

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «**Реактивы. Методы определения примеси мышьяка**

Reagents. Methods for determination of arsenic admixture».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 1429—78)**.

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2609.

По всему тексту стандарта заменить единицу физической величины: мл на см³.

(Продолжение см. с. 116)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10485—75)

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «содержания»;
дополнить абзацем (после третьего): «визуальный метод с применением диэтилдитиокарбамата серебра»;
последний абзац исключить.

Пункт 1.1а изложить в новой редакции: «1.1а. При проведении анализа должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025—86.

При проведении взвешиваний применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛЭ-200 г и ВЛКТ-500 г-М.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 1.1б. Первый абзац изложить в новой редакции: «Масса мышьяка в навеске анализируемого реактива должна быть»;

последний абзац. Заменить слово: «методом» на «фотометрическим методом».

(Продолжение см. с. 117)

Пункт 1.1. Заменить слова: «количество мышьяка в миллиграммах, которое должно» на «масса мышьяка в миллиграммах, которая должна».

Пункт 1.2 после слова «определении» изложить в новой редакции: «мышьяка, взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака».

Пункт 1.4. Заменить слово: «примесь» на «примесь мышьяка».

Раздел 2. Вводную часть после слова «водорода» дополнить словом «(арсин)».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.1а (перед п. 2.1):

«2.1а. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба для сжигания типа КП по ГОСТ 25336—82.

Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50(100)—2 по ГОСТ 1770—74.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, растворы с массовой долей 25 и 1 %, Аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные) по ТУ 6—09—5359—88; раствор с массовой долей 1 % в растворе серной кислоты с массовой долей 0,2 %.

Аммоний серно кислый по ГОСТ 3769—78.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

Калий азотно-кислый по ГОСТ 4217—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., концентрированная, раствор с массовой долей 0,2 % и раствор разбавленный 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Олово гранулированное.

Олово (II) хлорид 2-водное по ТУ 6—09—5393—88, раствор с массовой долей 0,4 % в растворе соляной кислоты с массовой долей 25 %».

Пункт 2.1.1. Наименование, первый и второй абзацы. Заменить слово: «перекиси» на «пероксида»;

первый абзац. Исключить слова и ссылки: «(ГОСТ 10394—72, тип КП)»; «(ГОСТ 4204—77, х. ч.)», ГОСТ 4217—77, ГОСТ 3769—78.

Пункт 2.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для отделения мышьяка от тяжелых металлов, осаждающихся на цинке, анализируемую пробу растворяют в 20 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II) в небольшом перегонном приборе с шлифованными частями, медленно перегоняют при температуре, не превышающей 110 °С, 15 см³ анализируемого раствора в колбу прибора для определения мышьяка, содержащую 30 см³ воды и 15 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II)»;

второй абзац. Исключить слова: «способ 1».

Пункт 2.2.3 изложить в новой редакции: «2.2.3. Для отделения мышьяка от металлов, не осаждаемых аммиаком, навеску анализируемого реактива помещают в стакан, растворяют в 200 см³ воды и в случае щелочной реакции нейтрализуют азотной кислотой по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос). Затем прибавляют 2 см³ избытка азотной кислоты, доводят раствор до кипения и кипятят 5 мин. К горячему раствору прибавляют 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и осторожно, при перемешивании, раствор аммиака с массовой долей 25 % до появления слабого запаха аммиака. Полученный раствор доводят до кипения, выдерживают 30 мин на водяной бане и горячим фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента». Осадок на фильтре промывают 3—4 раза раствором аммиака с массовой долей 1 % и, в зависимости от определения мышьяка с применением бромно-ртутной бумаги в соляно-кислой или серно-кислой среде, растворяют в растворе 2-водного хлорида

(Продолжение см. с. 118)

олова (II) или в растворе серной кислоты 1:4, предварительно обмывая раствором стенки стакана, в котором проводилось осаждение».

Раздел 3. Наименование. Исключить слово: «Содержания».

Пункт 3.1. Наименование. Исключить слово: «Применяемые»; первый абзац. Заменить ссылку и слова. ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87, «оранжевого стекла с притертой» на «из темного стекла с шлифованной»;

второй абзац после слов «бумагу пропитывают» изложить в новой редакции: «раствором уксусно-кислого свинца с массовой долей 1 % или 5 % (при длительном пользовании), сушат на воздухе и хранят в бутылках с шлифованными пробками»;

четвертый абзац. Заменить слова: «15%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 15 %»;

шестой абзац. Заменить слова: «25 и 15%-ные растворы» на «растворы с массовой долей 25 и 15 %; готовят по ГОСТ 4517—87»;

седьмой абзац. Заменить слова: «30 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «олово (II) хлорид 2-водное по ТУ 6—09—5393—88, соляно-кислый раствор с массовой долей 0,4 %; готовят растворением 1 г 2-водного хлорида олова (II) в 250 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, и соляно-кислый раствор с массовой долей 10 %; готовят растворением 10 г 2-водного хлорида олова (II) в 80 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 15 %. При хранении раствора с массовой долей 10 % в него добавляют 2—3 кусочка гранулированного олова»;

десятый абзац. Заменить слова: «содержащий 0,001 мг мышьяка в 1 мл» на «с массовой концентрацией 0,001 мг/см³ As»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «и 5%-ные растворы» на «растворы с массовой долей 1 и 5 %»;

двенадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «цинк гранулированный по ТУ 6—09—5294—86»;

пятнадцатый абзац. Исключить слова: «по способу 1»; заменить слова: «вместимостью 200—300 мл» на «вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82)» и «1%-ным раствором уксусно-кислого свинца» на «раствором уксусно-кислого свинца с массовой долей 1 %»;

дополнить абзацем (поле пятнадцатого): «допускается применять другие приборы»;

шестнадцатый абзац изложить в новой редакции: «никель (II) хлорид 6-водный по ГОСТ 4038—79, раствор с массовой долей 15 %»;

дополнить абзацами (после последнего): «Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6—2—5(10) по ГОСТ 20202—74.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.2.1 после слов «К раствору прибавляют 30 см³» изложить в новой редакции: «раствор 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 0,4 %, 5 см³ раствора иодистого калия и 5 г цинка. Затем быстро закрывают прибор. Через 1,5 ч окраску бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с анализируемым раствором сравнивают с окраской бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с раствором, содержащим в таком же объеме массу мышьяка в миллиграммах, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, 30 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 0,4 %, 5 см³ раствора иодистого калия и 5 г цинка».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2.2: «3.2.2. При медленном протекании реакции допускается в качестве катализатора реакции использовать 1 см³ раствора 6-водного хлорида никеля (II). При этом анализируемый раствор выдерживают на водяной бане при комнатной температуре в течение 1 ч вмес-

(Продолжение см. с. 119)

то 1,5 ч. В раствор сравнения также добавляют 1 см³ раствора 6-водного хлорида никеля (II).

Пункт 3.3.1 после слов «20 мл раствора серной кислоты» изложить в новой редакции: «0,5 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 10 %, перемешивают, быстро прибавляют 5 г цинка и сразу закрывают колбу прибора пробкой с насадкой и осторожно перемешивают вращательным движением. Через 1,5 ч окраску бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с анализируемым раствором сравнивают с окраской бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с раствором, содержащим в таком же объеме массу мышьяка в миллиграммах, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, 20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 10 % и 5 г цинка».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.3.2. При определении мышьяка в пределах 0,0003—0,0015 мг растворы сравнения готовят с интервалом через 0,0003 мг As, а при определении мышьяка в пределах 0,001—0,005 мг — через 0,001 мг As».

Пункт 3.3.3. Заменить слова: «бромно-ртутных бумажек в течение месяца их обрабатывают» на «бромно-ртутной бумаги в течение месяца ее обрабатывают», «парафином бумажки» на «парафином бумаги».

Раздел 4. Наименование изложить в новой редакции: «4 **Определение примеси мышьяка с применением диэтилдитиокарбамата серебра фотометрически**».

Пункт 4.2. Наименование, первый и второй абзацы изложить в новой редакции: «4.2 Приборы, аппаратура, реактивы и растворы

Олово (II) хлорид 2-водное по ТУ 6—09—5393—88, соляно-кислый раствор, готовят следующим образом: 40,0 г 2-водного хлорида олова (II) растворяют в смеси 75 см³ соляной кислоты и 25 см³ воды.

Цинк гранулированный по ТУ 6—09—5294—86 с содержанием мышьяка не более $1 \cdot 10^{-5}$ %, гранулы одинакового размера диаметром 0,5—2,5 мм;

третий абзац. Заменить слова: «15 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 15 %»;

четвертый абзац изложить в новой редакции «Диэтилдитиокарбамат серебра, раствор в пиридине с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4517—87»; пятый, шестой, десятый абзацы исключить;

седьмой абзац. Заменить слова: «около 15 н раствор» на «раствор с массовой долей 55 %»;

восьмой абзац. Исключить слово: «концентрированная»;

девятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

дополнить абзацами (после десятого): «Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Раствор, содержащий мышьяк, готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации 0,001 мг/см³ As. Разбавленный раствор должен быть свежереприготовленным.

Колбы Кн-1—100—14/23 (19/26) ТС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25—2 и 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770—74;

одинадцатый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр или фотозлектроколориметр»;

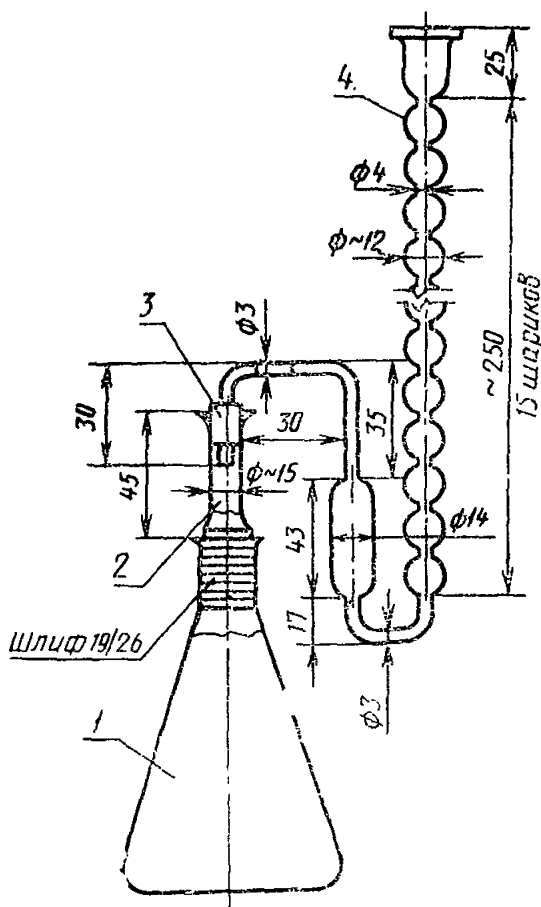
двенадцатый абзац дополнить словами: «состоит из конической колбы вместимостью 100 см³ (ГОСТ 25336—82), насадки для задержания сероводорода 2, резиновой пробки 3 и абсорбера для поглощения мышьяковистого водорода 4, согласно указанным размерам»;

чертеж 2 заменить новым: (см. с. 120)

Пункт 4.3. Первый абзац. Заменить слова, «вместимостью 100 мл помещают» на «вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³) помещают пипеткой»,

(Продолжение см. с. 120)

Прибор для определения мышьяка



Черт. 2

третий абзац после слов «водой до» изложить в новой редакции: «метки, добавляют 2 см² раствора йодистого калия, 2 см³ соляно-кислого раствора хлорида олова (II) и выдерживают в течение 15 мин»;

четвертый абзац после значения 5 г изложить в новой редакции: «гранулированного цинка и сразу же соединяют с насадкой и абсорбером прибора для определения мышьяка»;

шестой абзац дополнить словами: «откладывая значение оптической плотности на оси ординат, массу мышьяка в миллиграммах — на оси абсцисс»;

седьмой абзац. Заменить слово: «значение» на «оптическую плотность».

Пункт 4.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «В коническую колбу (с меткой на 40 см³) помещают цилиндром не более 30 см³ анализируемого раствора, прибавляют соляную кислоту и воду до получения объема 40 см³, так чтобы кислотность раствора была около 3 моль/дм³ (по расчету)»;

второй абзац после слова «калия» изложить в новой редакции: «2 см³ соляно-кислого раствора хлорида олова (II) и далее определение проводят, как описано в п. 4.3»;

дополнить абзацем: «Массу мышьяка в миллиграммах в анализируемом растворе находят по графику».

Пункт 4.4.2 исключить.

(Продолжение см. с. 121)

Пункт 4.4.3 изложить в новой редакции: «4.4.3. Значения суммарной погрешности и допускаемого расхождения между результатами параллельных определений должны быть приведены в нормативно-технической документации на анализируемый реактив»

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Определение примеси мышьяка с применением диэтилдитиокарбамата серебра визуально»

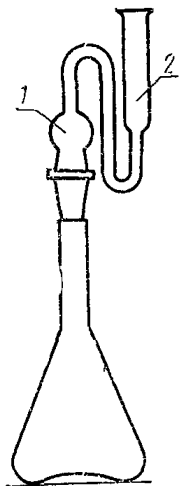
ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний».

5. Общие методы испытаний

5.11 Мышьяк (ОМ.И)

К известному объему испытуемого раствора, помещенного в коническую колбу, добавляют 10 см³ солянокислого раствора хлорида олова (II) с массовой долей 0,4 %, 5 см³ раствора иодида калия с массовой долей 15 % и 1 см³ раствора 5-водного сульфата меди (II) с массовой долей 2 %. В полученный раствор вносят 8 г гранулированного щинка и улавливают выделяющийся арсени в поглотительном сосуде, содержащем 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата серебра с массовой долей 0,5 % в пиридине (см. черт. 3).

Прибор для определения примеси мышьяка



1 — вата, пропитанная ацетатом свинца; 2 — раствор диэтилдитиокарбамата серебра

Черт. 3

(Продолжение см. с. 122)

Сравнивают интенсивность окраски пиридинового раствора диэтилдитиокарбамата серебра от взаимодействия с анализируемым раствором с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке раствора сравнения, содержащего мышьяк.

Раствор, содержащий мышьяк, готовят в соответствии с разд. 4 ИСО 6353/1—82.

4. Растворы, используемые при испытаниях

Для приготовления растворов используют дистиллированную или деминерализованную воду.

4.1.1. Основной раствор сравнения*

Раствор, содержащий мышьяк готовят следующим образом: растворяют 1,32 г As_2O_3 в 3 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 27 % при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г As.

4.1.2. Разбавленные растворы сравнения

Разбавленные растворы сравнения 1, 11 и 111 готовят непосредственно перед использованием путем разбавления основного раствора сравнения (4.1.1) в мерных колбах соответствующего объема, причем точное соотношение объемов должно составлять 1/10, 1/100 и 1/1000, соответственно.

Примечание. В международном стандарте ИСО 6353/1—82 принято сокращение: ОМ — общий метод испытаний».

Приложение исключить.

* Нумерация общих методов испытаний соответствует нумерации, приведенной в международном стандарте ИСО 6353/1—82.

(ИУС № 3 1992 г.)