

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Метод определения мышьяка

Vanadium base alloys and alloying elements.
Method for determination of arsenic

ГОСТ
26473.7-85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 751 срок действия установлен

с 01.07.86

до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка (от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ %) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более	Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более
Алюминий	50	Молибден	25
Вольфрам	8	Ниобий	25
Железо	5	Титан	25
Кремний	1	Хром	40
Марганец	2,5	Цирконий	3

Метод основан на экстракционном отделении мышьяка от основы в виде AsI_3 с последующей рекстракцией водой, на образовании в водной фазе восстановленной формы мышьяковомолибденовой гетерополикислоты и фотометрировании окраски раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.



2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Секундомер.

Воронки делительные вместимостью 50 и 100 см³.

Колбы мерные вместимостью 25, 50 и 100 см³.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см³ с делениями.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см³ без делений.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Тигли стеклоуглеродные марки СУ-2000 вместимостью 50 см³.

Стекла часовые диаметром 40 мм.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84 и разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Углерод четыреххлористый, ос. ч.

Калий йодистый, ос. ч, насыщенный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации 100 г/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор концентрации 50 г/дм³.

Калий сурьмяновиннокислый, раствор концентрации 3 г/дм³.

Кислота аскорбиновая пищевая, раствор концентрации 0,1 моль/дм³: 1,76 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см³ воды. Смесь реактивов А (готовят перед употреблением): сливают 12 см³ соляной кислоты, 15 см³ молибдата аммония, 12 см³ раствора сурьмяновиннокислого калия и 15 см³ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и разбавляют водой до 100 см³.

Натрий мышьяковокислый двузамещенный, Na₂HAsO₄·12 H₂O.

Стандартный раствор мышьяка (запасной), содержащий 1 мг/см³ мышьяка (V): 0,420 г двузамещенного 12-водного мышьяковокислого натрия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

Раствор мышьяка (рабочий), содержащий 0,01 мг/см³ (10 мкг/см³) мышьяка (V), готовят в день употребления разбавлением запасного раствора водой в 100 раз.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г (при массовой доле мышьяка от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %) или 0,1 г (при массовой

доле мышьяка от $1 \cdot 10^{-2}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ %) помещают в стеклоглино-родный тигель и растворяют при осторожном нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, в 3 см^3 фтористоводородной кислоты (при растворении лигатур, содержащих титан, хром, ниобий, вольфрам и цирконий) с 3 каплями раствора марганцовокислого калия. Полученный раствор упаривают на водяной бане досуха.

Остаток растворяют при нагревании в смеси 7 см^3 концентрированной соляной кислоты и 5 см^3 этилового спирта, накрыв чашку часовым стеклом. Раствор нагревают до получения ярко-синей окраски (в присутствии хрома цвет раствора ярко-зеленый), переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , приливают 15 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят до метки водой (основной раствор), который используют для определения фосфора по ГОСТ 26473.9—85.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В делительную воронку вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой аликвотную часть раствора (5 см^3), содержащую 0,5—10 мкг мышьяка, приливают 10 см^3 четыреххлористого углерода, 3 см^3 насыщенного раствора йодистого калия, 40 см^3 концентрированной соляной кислоты и встряхивают в течение 2 мин. Органическую фазу (нижний слой) переносят в делительную воронку вместимостью 50 см^3 , приливают $0,5 \text{ см}^3$ насыщенного раствора йодистого калия, $9,5 \text{ см}^3$ концентрированной соляной кислоты и встряхивают воронку в течение 5 с.

Органическую фазу (нижний слой) переносят в делительную воронку вместимостью 50 см^3 и реэкстрагируют мышьяк 10 см^3 воды в течение 1 мин.

Реэкстракт (верхний слой) переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивого ярко-малинового окрашивания. Через 5 мин добавляют раствор аскорбиновой кислоты до обесцвечивания раствора и 5 см^3 смеси реактивов А. Объем раствора доводят до метки водой и через 30—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 630 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта.

Контрольный опыт на содержание мышьяка в реактивах проводят через все стадии анализа одновременно с анализом серии проб. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта, измеренное по отношению к воде, не должно превышать 0,05, в противном случае меняют реактивы.

Массу мышьяка находят по градуировочному графику.

4.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100 см³ приливают из микробюретки 0,05; 0,1; 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 см³ рабочего стандартного раствора мышьяка (V), что соответствует 0,5; 1; 5; 10; 15 и 20 мкг мышьяка. Приливают по 10 см³ четыреххлористого углерода и далее поступают так, как описано в п. 4.1, проводя измерение оптической плотности по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением стандартного раствора мышьяка.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам мышьяка строят градуировочный график.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot 10^4},$$

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

V_1 — вместимость мерной колбы, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

5.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемое расхождение, %
1 · 10 ⁻³	5 · 10 ⁻⁴
5 · 10 ⁻³	1,5 · 10 ⁻³
1 · 10 ⁻²	2 · 10 ⁻³
5 · 10 ⁻²	1 · 10 ⁻²
1 · 10 ⁻¹	2 · 10 ⁻²

Изменение № 1 ГОСТ 26473.7—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод определения мышьяка

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 677

Дата введения 01.01.92

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(Продолжение см. с. 38)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.7—85)

Пункт 5.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 2»;

таблица 2. Графа «Массовая доля мышьяка, %». Заменить значения: $1 \cdot 10^{-3}$ на $10 \cdot 10^{-4}$; $5 \cdot 10^{-3}$ на $50 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-2}$ на $10 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-1}$ на $10 \cdot 10^{-2}$.

(ИУС № 8 1991 г.)