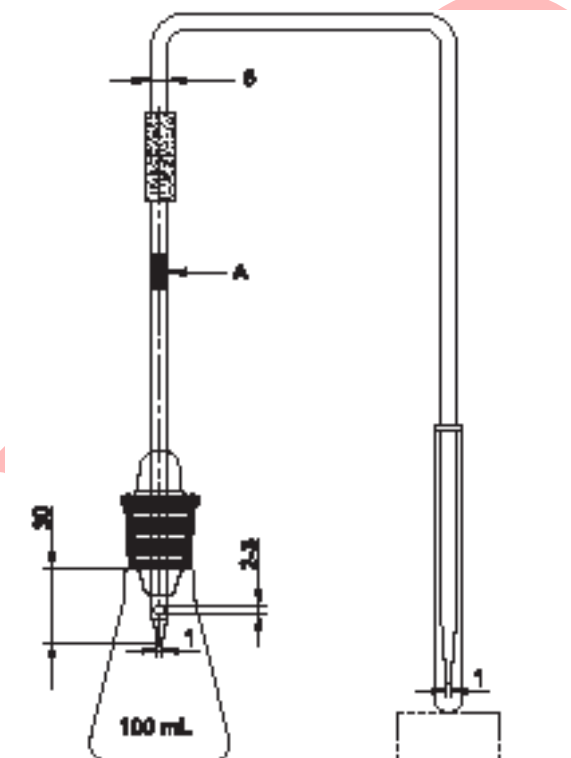


2.4.2. АРСЕН

МЕТОД А

► Прилад (див. Рис. 2.4.2.-1) складається з конічної колби місткістю 100 мл, закритої скляною притертою пробкоюю, крізь яку проходить скляна трубка завдовжки приблизно 200 мм із внутрішнім діаметром приблизно 5 мм. Нижня частина трубки звужується до внутрішнього діаметра 1 мм; на відстані 20 мм від кінчика трубки розташований бічний отвір діаметром 2–3 мм. Коли трубка розташована в пробірці, її бічний отвір має бути мінімум на 3 мм нижче нижньої поверхні пробки. Перша трубка з'єднується з другою скляною трубкою з таким самим внутрішнім діаметром. Друга трубка зігнута двічі під прямим кутом, а вільний кінець звужується до внутрішнього діаметра 1 мм. Цей кінець занурюють у пробірку, що містить 3.0 мл розчину срібла діетилдитіокарбамату Р. Інше підхоже обладнання може використовуватись. У першу трубку поміщають нещільний тампон свинцево-ацетатної вати Р масою 50–60 мг або невеликий ватяний тампон зі скрученою в трубочку смужкою свинцево-ацетатного паперу Р масою 50–60 мг.



А. Свинцево-ацетатний папір/вата

Рисунок 2.4.2.-1. Прилад для випробування на гранично допустимий вміст арсену (метод А).

Розміри зазначені в міліметрах

Зазначену кількість випробовуваної речовини поміщають у конічну колбу й розчиняють у 25 мл води Р або зазначений об'єм випробовуваного розчину поміщають у конічну колбу й доводять об'єм розчину водою Р до 25 мл. Додають 15 мл хлорис-

товодневої кислоти Р, 0.1 мл розчину олова(II) хлориду Р, 5 мл розчину калію йодиду Р, залишають на 15 хв і потім додають 5 г цинку активованого Р. Негайно з'єднують дві частини приладу й поміщають колбу на водяну баню за температури, що підтримує рівномірне виділення газу.

Паралельно за цих самих умов проводять випробування з еталоном, що складається з 1 мл еталонного розчину арсену (1 ppm As) Р, що доведений водою Р до 25 мл.

Якщо відбувається піноутворення, у колбу додають 1 мл 2-пропанолу Р.

Не менш ніж через 2 год забарвлення в пробірці, одержане з випробовуваним розчином, має бути не інтенсивнішим за забарвлення, одержане у випробуванні з еталоном.

Тест на придатність. Забарвлення в пробірці, одержане у випробуванні з еталоном, має бути принаймні таким самим інтенсивним, як забарвлення 3 мл суміші 3.0 мл вихідного жовтого розчину, 0.6 мл вихідного червоного розчину й 11.40 мл розчину 10 г/л хлористоводневої кислоти Р (2.2.2, метод Г).▲

МЕТОД В

Зазначену кількість випробовуваної речовини поміщають у пробірку, що містить 4 мл хлористоводневої кислоти Р і приблизно 5 мг калію йодиду Р, і додають 3 мл гіпофосфіту реактиву Р. Суміш нагрівають на водяній бані протягом 15 хв, час від часу струшуючи.

Паралельно за цих самих умов готують еталон, використовуючи замість випробовуваної речовини 0.5 мл еталонного розчину арсену (10 ppm As) Р.

► Після нагрівання на водяній бані забарвлення в пробірці, одержане з випробовуваним розчином, має бути не інтенсивнішим за забарвлення, одержане у випробуванні з еталоном.▲

МЕТОД А

Температура водяної бані не має перевищувати 40 °С.

МЕТОД В

Метод В застосовують у разі визначення поряд з арсеном селену й телуру, а також під час визначення арсену в зразках, що містять сурму, вісмут, ртуть і

срібло, а також сульфіді і сульфіти, і в деяких інших випадках.

ПРОЕКТ