

**ГРАФИТ****Метод определения мышьяка**Graphite. Method for  
determination of arsenic**ГОСТ**

17818.14—90

ОКСТУ 5709

<b>Срок действия</b>	<b>с 01.07.91</b>
	<b>до 01.07.96</b>

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графит содержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли мышьяка.

Сущность метода заключается в восстановлении мышьяка водородом, фотометрировании окрашенного соединения мышьяковистого водорода с диэтилдитиокарбаматом серебра в диметилформамиде.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Стеклянный прибор для определения мышьяка (см. чертеж), представляющий собой герметичную систему, состоящую из реакционной колбы 1 и поглотительного сосуда 4, соединенных газоотводной трубкой 3 и колонкой 2, заполненной бумагой и ватой, пропитанными уксуснокислым свинцом.

Диметилформамид по ГОСТ 20289.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор концентрации 60 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Цинк металлический, не содержащий мышьяка.

Калий иодистый по ГОСТ 4232, раствор концентрации 150 г/дм<sup>3</sup>.

Олово двуххlorистое, готовят растворением 40 г двуххlorистого олова в смеси 25 см<sup>3</sup> воды и 75 см<sup>3</sup> соляной кислоты.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup> (160 см<sup>3</sup> соляной кислоты в 1 дм<sup>3</sup> водного раствора).

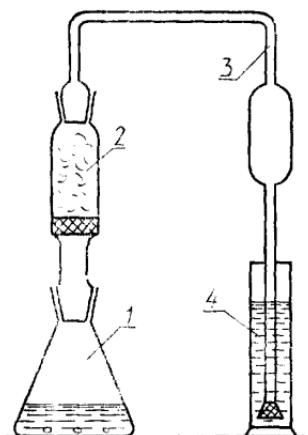
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 2 моль/дм<sup>3</sup> раствор (80 г гидроокиси натрия в 1 дм<sup>3</sup> водного раствора).

Мышьяка оксид (III).

Серебра диэтилдитиокарбамат.

Фильтры стеклянные по ГОСТ 23932.

#### Стеклянный прибор для определения мышьяка



Бумага и вата, пропитанные раствором уксуснокислого свинца.

Стандартный раствор мышьяка: 1,3203 г оксида мышьяка (III) растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, раствор немногого разбавляют водой, нейтрализуют соляной кислотой концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup> до pH 6—7 по индикаторной бумаге и 2 см<sup>3</sup> в избыток, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией мышьяка 1 мг/см<sup>3</sup> (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор мышьяка: отбирают пипеткой 0,1 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией мышьяка 0,001 мг/см<sup>3</sup> (раствор Б).

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Получение диэтилдитиокарбамата серебра

1,8 г азотнокислого серебра растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды, отдельно растворяют 2,6 г диэтилдитиокарбамата натрия в 20 см<sup>3</sup> воды и медленно, по каплям, при энергичном перемешивании приливают раствор азотнокислого серебра к раствору диэтилдитиокарбамата натрия. Образовавшийся осадок диэтилдитиокарбамата серебра отфильтровывают в стеклянном фильтре с пористым дном, промывают его 10 см<sup>3</sup> воды и высушивают при температуре (105±5) °C до постоянной массы. Выход 2,4 г.

#### 3.2. Подготовка бумаги и ваты, пропитанных уксуснокислым свинцом

В раствор уксуснокислого свинца на 30 мин погружают фильтры «красная лента», вынимают, сушат при температуре (105±5) °C и разрезают на полоски размером 25×40 мм. Вату обрабатывают подобным же образом. Хранят в банке с крышкой.

#### 3.3. Приготовление поглотительного раствора

0,025 г диэтилдитиокарбамата серебра и 0,025 г 1-эфедрина растворяют в 100 см<sup>3</sup> диметилформамида при интенсивном перемешивании в течение 1 ч. Для ускорения растворения раствор нагревают до 50—60°C. Затем фильтруют в сухую склянку из темного стекла. Раствор годен 2 недели.

#### 3.4. Построение градуировочного графика

В реакционную колбу вместимостью 100—150 см<sup>3</sup> поочередно отмеривают бюреткой 2; 4; 6; 8; 10; 12 и 15 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,012 и 0,015 мг мышьяка. К стандартным растворам приливают по 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, по 40 см<sup>3</sup> воды, по 2 см<sup>3</sup> раствора иодистого калия и по 2 см<sup>3</sup> раствора двуххлористого олова. Раствор перемешивают и оставляют на 15 мин.

В поглотительный сосуд наливают 5 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата серебра в диметилформамиде, опускают газоотводную трубку. В реакционную колбу помещают 5 г цинка и быстро закрывают колонкой. Отгонку продолжают в течение часа, после чего замеряют оптическую плотность поглотительного раствора на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 520—550 нм, в кювете с толщиной калориметрируемого слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит поглотительный раствор. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От основного раствора, полученного при определении меди по ГОСТ 17818.10, отбирают аликовенную часть 50 см<sup>3</sup> в реакцион-

ную колбу для отгонки, добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.4.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику определяют массу мышьяка в миллиграммах.

### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю мышьяка ( $X_{As}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{As} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где  $m_1$  — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — объем основного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликовотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески графита, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,00002% при массовой доле мышьяка до 0,0002%.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

### 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Концерном «Союзминерал» РАЗРАБОТЧИКИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы),  
А. М. Набойщикова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Государственного комитета СССР по управлению качеством  
продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. ВЗАМЕН ГОСТ 17818.14—75

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1027—67	2
ГОСТ 1277—75	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4232—74	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 8864—71	2
ГОСТ 12083—78	2
ГОСТ 17818.0—90	1
ГОСТ 17818.10—90	4
ГОСТ 20289—74	2
ГОСТ 23932—79	2