

## ГРАФИТ

Метод определения мышьяка

Graphite. Method for  
determination of arsenic

ГОСТ

17818.14—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитосодержащих 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.

Стекланный 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.

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

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Цинк металлический, не содержащий мышьяка.

Калий иодистый по ГОСТ 4232, раствор концентрации  $150 \text{ г/дм}^3$ .

Олово двухлористое, готовят растворением  $40 \text{ г}$  двухлористого олова в смеси  $25 \text{ см}^3$  воды и  $75 \text{ см}^3$  соляной кислоты.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор концентрации  $2 \text{ моль/дм}^3$  ( $160 \text{ см}^3$  соляной кислоты в  $1 \text{ дм}^3$  водного раствора).

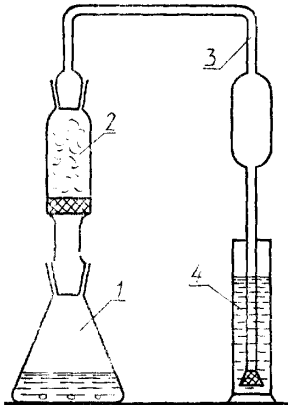
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328,  $2 \text{ моль/дм}^3$  раствор ( $80 \text{ г}$  гидроокиси натрия в  $1 \text{ дм}^3$  водного раствора).

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

Градуировочный стандартный раствор мышьяка: отбирают пипеткой  $0,1 \text{ см}^3$  раствора А в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией мышьяка  $0,001 \text{ мг/см}^3$  (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) °С 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) °С 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°С. 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 измеряют 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 аликвотную 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 аликвотной 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. Сураенков, 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 ДОКУМЕН- ТЫ

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