УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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, графитсодержащих 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^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Цинк металлический, не содержащий мышьяка.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Калий иодистый по ГОСТ 4232, раствор концентрации 150 г/дм³.

Олово двухлористое, готовят растворением 40 г двухлористого олова в смеси 25 см³ воды и 75 см³ соляной кислоты.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор концентрации 2 моль/дм³ (160 см³ соляной кислоты в 1 дм³ водного раствора).

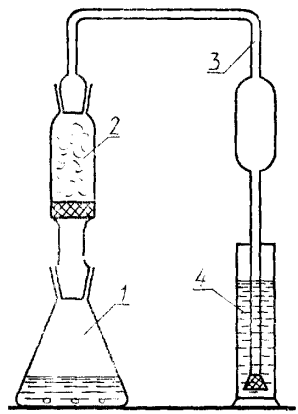
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 2 моль/дм³ раствор (80 г гидроокиси натрия в 1 дм³ водного раствора).

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 см³ раствора гидроокиси натрия, раствор немного разбавляют водой, нейтрализуют соляной кислотой концентрации 2 моль/дм³ до pH 6—7 по индикаторной бумаге и 2 см³ в избыток, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией мышьяка 1 мг/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор мышьяка: отбирают пипеткой 0,1 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией мышьяка 0,001 мг/см³ (раствор Б).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. **Получение диэтилдитиокарбамата серебра**

1.8 г азотнокислого серебра растворяют в 20 см³ воды, отдельно растворяют 2,6 г диэтилдитиокарбамата натрия в 20 см³ 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 см³ 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 l-эфедрина растворяют в 100 см³ 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 см³ поочередно отмеривают бюреткой 2; 4; 6; 8; 10; 12 и 15 см³ 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 см³ соляной кислоты, по 40 см³ воды, по 2 см³ раствора иодистого калия и по 2 см³ раствора двухлористого олова. Раствор перемешивают и оставляют на 15 мин.

В поглотительный сосуд наливают 5 см³ 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 аликвотную часть 50 см³ в реакцион-

ную колбу для отгонки, добавляют 10 см^3 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^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

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

gost.e-ecolog.ru