

ГОСТ 20996.4—82

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

---

**СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ**  
**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА**

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ**

Метод определения мышьяка

Selenium. Method of arsenic determination

ГОСТ  
20996.4—82\*Взамен  
ГОСТ 10431—63  
в части разд. VIII

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения мышьяка (при массовой доле мышьяка 0,002—0,06%).

Метод основан на образовании желтого мышьяково-молибденового комплекса с последующим восстановлением его серноокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяково-молибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора после предварительного отделения мышьяка отгонкой в виде трихлорида мышьяка или экстракцией органическими растворителями.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ**

Установка для отгонки мышьяка приведена на чертеже.

Фотоэлектроколориметр.

Шкаф сушильный лабораторный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 3:1 и 1:1, содержащая 0,1 моль йодистого калия в 1 дм<sup>3</sup> раствора и очищенная от мышьяка: 500 см<sup>3</sup> соляной кислоты помещают в делительную воронку вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, прибавляют 25 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Органический слой отделяют и отбрасывают. К водному раствору добавляют 25 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и снова встряхивают в течение 2 мин; органический слой отбрасывают. Кислоту очищают в день применения.Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:3 и 12 моль/дм<sup>3</sup> раствор.Аммоний молибденовоокислый по ГОСТ 3765—78, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> в растворе серной кислоты 12 моль/дм<sup>3</sup>.Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841—74, раствор 1,5 г/дм<sup>3</sup>.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

\*Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)

© Издательство стандартов, 1982  
© ИПК Издательство стандартов, 2000

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

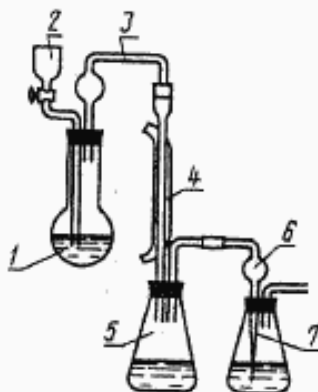
Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий двууглекислый безводный по ГОСТ 2156—76.

Восстановительная смесь (свежеприготовленный раствор): к 25 см<sup>3</sup> раствора молибденовоксилого аммония прибавляют 2,5 см<sup>3</sup> сернокислого гидразина, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Установка для отгонки мышьяка



1 — перегонная колба; 2 — капельная воронка; 3 — насадка с брызгоуловителем; 4 — холодильник; 5 — первый приемник; 6 — отводная трубка с шариком; 7 — контрольный приемник с водой для улавливания газов

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Фенолфталеин по НД, раствор 1 г/дм<sup>3</sup> в спирте.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Мышьяковистый ангидрид.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: навеску ангидрида массой 0,1320 г растворяют при слабом нагревании в 2—3 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 30—40 см<sup>3</sup> воды, 1—2 капли фенолфталеина и серную кислоту (1:3) до обесцвечивания раствора. К полученному раствору прибавляют 1 г двууглекислого натрия, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б (свежеприготовленный): аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг мышьяка.

Электродпечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 300 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску селена массой 0,5—2 г (в зависимости от массовой доли мышьяка) помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 15—30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окислов азота.

Снимают стекло (пластинку), обмывают водой над стаканом и нагревают полученный раствор, выпаривают досуха. Стакан с остатком нагревают на плитке при температуре 280—290 °С до удаления двуокиси селена. Для более полного удаления селена стакан помещают на 5—7 мин в предварительно нагретую до 300 °С муфельную печь (или в сушильный шкаф). Приливают 10—12 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и нагревают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают раствор до паров серной кислоты.

К полученному раствору добавляют 25—30 см<sup>3</sup> воды и кипятят. Охлаждают и проводят отделение мышьяка.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Полученный раствор переносят в перегонную колбу (см. чертеж), смывают стенки стакана водой, перенося смывы в перегонную колбу. Затем в колбу помещают кусочек пемзы, добавляют 2—2,5 г гидразина, 0,5—1 г бромистого калия и закрывают колбу насадкой с брызгоуловителем. Другой конец насадки соединяют с водяным холодильником. Через капельную воронку в колбу наливают 70—75 см<sup>3</sup> соляной кислоты (объем жидкости не должен быть больше 120 см<sup>3</sup>).

В приемник для дистиллята наливают 10 см<sup>3</sup> воды. Колбу с раствором нагревают до кипения и кипятят до уменьшения объема жидкости до 30—40 см<sup>3</sup> (должно отогнаться 60 см<sup>3</sup> раствора).

Полученный дистиллят переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3. К раствору, полученному по п. 3.1, прибавляют 1—1,5 г гидразина, кипятят и оставляют на 10—15 мин до коагуляции осадка.

Фильтруют через неплотный фильтр и промывают 3—5 раз водой. Фильтрат переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, приливают трехкратное количество соляной кислоты, содержащей 0,1 моль йодистого калия, и 20—25 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода. Встряхивают содержимое воронки 2 мин. После расслоения жидкостей органический слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>.

К оставшемуся в первой делительной воронке солянокислому раствору приливают 20—25 см<sup>3</sup> растворителя и встряхивают 2 мин. Второй экстракт присоединяют к первому в другой делительной воронке.

Объединенные экстракты промывают два раза порциями по 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (3:1), экстрагируя каждый раз по 1 мин. Затем к экстракту приливают 15—20 см<sup>3</sup> воды и встряхивают содержимое воронки в течение 2 мин. Экстракт переливают в другую делительную воронку и повторяют реэкстракцию мышьяка с 15—20 см<sup>3</sup> воды. Объединенные водные слои помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Из раствора, полученного, как указано в пп. 3.2. и 3.3, отбирают аликвотную часть 20—50 см<sup>3</sup> и помещают ее в сухой стакан вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, приливают 5—10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и осторожно выпаривают досуха для окончательного удаления остатков азотной кислоты. Затем стакан помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре 130—135 °С в течение 1 ч.

К высушенному остатку приливают 35—40 см<sup>3</sup> горячей воды, 4—4,5 см<sup>3</sup> восстановительной смеси, нагревают и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 750 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 30 или 50 мм (в зависимости от массовой доли мышьяка).

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу мышьяка устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью по 100—150 см<sup>3</sup> помещают 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1 мг мышьяка, добавляют 3—5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают досуха. К полученному раствору добавляют 35—40 см<sup>3</sup> воды, кипятят и далее анализ проводят, как указано в п. 3.2 или 3.3.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

где  $m_1$  — количество мышьяка, найденное по градуировочному графику, мг;  
 $V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески селена, г.



С. 4 ГОСТ 20996.4—82

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

| Массовая доля мышьяка, %   | Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов |  |
|----------------------------|---|--|
|                            | параллельных определений                          | полученных в лабораториях разных предприятий |
| От 0,0020 до 0,0050 включ. | 0,0009  | 0,0014                                       |
| Св. 0,0050 * 0,0100 *      | 0,0015  | 0,0020                                       |
| * 0,010 * 0,030 *          | 0,003   | 0,005  |
| * 0,030 * 0,060 *          | 0,007   | 0,010  |

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*  
Корректор *Т.И. Кононенко*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартымяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 26.07.2000. Усл. печ. л. 0,93.  
Уч.-изд. л. 0,42. Тираж 104 экз. С 5591. Зак. 663.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6  
Цлр № 080102