

**НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ****Сталь та чавун  
Методи визначення миш'яку****Steel and cast iron  
Methods for determination of arsenic**

Чинний від \_\_\_\_\_

**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки миш'яку: фотометричний (від 0,002 % до 0,20 %), потенціометричний (від 0,02 % до 0,20 %) та неполуменевий атомно-абсорбційний (від 0,0002 % до 0,01 %) в сталі та чавуні.

**2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ**

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:  
ДСТУ7749:2015 Сталь вуглецева та чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу  
ДСТУ ГОСТ 859:2003 Медь. Марки (Мідь. Марки)  
ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

**3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ**

**3.1** Загальні вимоги до методів аналізу - згідно з ДСТУ7749.

**3.2** Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки миш'яку наведено в розділі 7.

**4 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ МИШ'ЯКУ ВІД 0,002 % ДО 0,20 %****4.1 Суть методу**

Метод ґрунтується на утворенні синього миш'яково-молібденового комплексу внаслідок взаємодії миш'яку (V) з молібденовокислим амонієм у присутності відновника - сірчанокислого гідразину чи аскорбінової кислоти та подальшому вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину за довжини хвилі 840 нм.

## ДСТУ

Миш'як заздалегідь відокремлюють від супутніх елементів дистиляцією у вигляді трихлористого миш'яку чи осадженням тіоацетамідом у вигляді сульфїду.

### 4.2 Апаратура, реактиви та розчини

#### Спектрофотометр або фотоелектроколориметр.

Апарат для дистиляції миш'яку - згідно з чинним нормативним документом (НД).

**Кислота соляна** - згідно з чинним НД і розведена 1:1.

**Кислота азотна** - згідно з чинним НД і розведена 1:1.

**Кислота сірчана** - згідно з чинним НД, розведена 1:1, 1:4, 1:10 і розчин з молярною концентрацією еквівалента 6 моль/дм<sup>3</sup> готують таким чином: у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup> вміщують 600 см<sup>3</sup> - 700 см<sup>3</sup> води і обережно, безперервно перемішуючи, додають 17,4 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти ( $\rho = 1,830$  г/см<sup>3</sup>). Розчин охолоджують, доводять водою до позначки та перемішують.

**Кислота хлорна**, ч.д.а. чи х. ч. - згідно з чинним НД

**Кислота ортофосфорна** - згідно з чинним НД і розведена 1:1.

**Аміак водний** - згідно з чинним НД.

**Суміш соляної та азотної кислот** у співвідношенні 3:1, готують таким чином: до 150 см<sup>3</sup> соляної кислоти додають 50 см<sup>3</sup> азотної кислоти і перемішують. Розчин готують безпосередньо перед застосуванням.

**Суміш соляної та азотної кислот**, розведена 1:1: до 200 см<sup>3</sup> води додають 200 см<sup>3</sup> суміші соляної та азотної кислот та перемішують. Розчин готують безпосередньо перед застосуванням.

**Калій бромистий** - згідно з чинним НД.

**Натрію гідроксид** - згідно з чинним НД, розчини з масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup> і 400 г/дм<sup>3</sup>.

**Спирт етиловий ректифікований** згідно з ДСТУ 4221.

**Фенолфталеїн**, спиртовий розчин з масовою концентрацією 10 г/дм<sup>3</sup>.

**Гідразин сірчаноокислий** - згідно з чинним НД і розчин з масовою концентрацією 1,5 г/дм<sup>3</sup>.

**Амоній молібденовоокислий** - згідно з чинним НД, перекристалізований із етилового спирту, розчин з масовою концентрацією 10 г/дм<sup>3</sup> в розчині сірчаної кислоти з молярною концентрацією еквівалента 6 моль/дм<sup>3</sup>. Розчин придатний протягом 2 місяців.

Перекристалізація молібденовоокислого амонію: 250 г молібденовоокислого амонію розчиняють у 400 см<sup>3</sup> води за температури від 70 °С до 80 °С. Гарячий розчин фільтрують на фільтр «синя стрічка» у стакан, що містить 300 см<sup>3</sup> етилового спирту. Розчин охолоджують і витримують у проточній воді протягом 1 год. Кристали, що випали, відфільтровують на воронку Бюхнера з фільтром «біла стрічка». Кристали промивають двічі - тричі етиловим спиртом порціями по (20–30) см<sup>3</sup> і висушують на повітрі.

**Молібдато-гідразиновий розчин** (реакційна суміш): у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup> вміщують 100 см<sup>3</sup> розчину молібденовоокислого амонію, доливають водою до 900 см<sup>3</sup>, додають 10 см<sup>3</sup> розчину сірчаноокислого гідразину, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин готують безпосередньо перед використанням.

**Хлорномолібдатний реактив:** 5 г молібденовокислого амонію вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають 100 см<sup>3</sup> води і розчиняють повільно нагріваючи потім охолоджують. В колбу доливають 500 см<sup>3</sup> води, 280 см<sup>3</sup> хлорної кислоти ч.д.а. чи 230 см<sup>3</sup> хлорної кислоти х.ч. і поступово, безперервно перемішуючи, додають розчин молібденовокислого амонію. Розчин доливають водою до позначки та перемішують. Розчин готують безпосередньо перед застосуванням.

**Папір індикаторний** універсальний рН 1-10.

**Ксилол** - згідно з чинним НД.

**Кислота аскорбінова фармакопейна** - згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 5 г/дм<sup>3</sup>. Готують безпосередньо перед використанням.

**Кислота винна** - згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup>.

**Тіоацетамід** - згідно з чинним НД, перекристалізований із ксилолу, розчин масовою концентрацією 20 г/дм<sup>3</sup>.

Перекристалізація тіоацетаміду: 30 г тіоацетаміду розчиняють, перемішуючи, у 100 см<sup>3</sup> ксилолу за температури (85- 90) °С. Верхній шар розчину обережно зливають у сухий стакан місткістю (600–800) см<sup>3</sup>. У стакан із залишком додають 100 см<sup>3</sup> ксилолу і знову розчиняють за температури (85-90) °С. Верхній шар зливають у той самий стакан місткістю (600-800) см<sup>3</sup>. Цю операцію повторюють (3–4) рази, залишок відкидають. Одержаний розчин охолоджують у проточній воді. Кристали тіоацетаміду, що випали, відфільтровують на воронку Бюхнера з двома фільтрами «біла стрічка». Кристали промивають двічі-тричі ксилолом і висушують на повітрі.

**Мідь марки М00бк** згідно з ДСТУ ГОСТ 859.

**Мідь азотнокисла**, розчин масовою концентрацією 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г міді розчиняють, нагріваючи у (15–20) см<sup>3</sup> азотної кислоти, розведеної 1:1. Розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту, охолоджують, доливають водою до 100 см<sup>3</sup> та перемішують.

**Гідроксиламіну гідрохлорид** - згідно з чинним НД.

**Амоній роданистий** - згідно з чинним НД, розчин масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup>.

**Залізо карбонільне радіотехнічне** - згідно з чинним НД.

**Ангідрид миш'яковистий** - згідно з чинним НД.

**Натрій миш'яковистоокислий орто** (Na<sub>3</sub>AsO<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O) - згідно з чинним НД.

**Стандартні розчини миш'яку.**

**Розчин А:** 0,1320 г оксиду миш'яку (VI) розчиняють у 5 см<sup>3</sup> розчину гідроксиду натрію масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup>, додають 200 см<sup>3</sup> води і, обережно краплями, безперервно перемішуючи, доливають сірчану кислоту, розведену 1:1, до нейтральної реакції за універсальним індикаторним папером. Переливають розчин у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують.

Допустимо готувати стандартний розчин із миш'яковистоокислого натрію орто: 0,2801 г миш'яковистоокислого натрію орто розчиняють у 200 см<sup>3</sup> води у мірній колбі місткістю 1 дм<sup>3</sup>, обережно додають краплями сірчану кислоту, розведену 1:1,

## ДСТУ

до нейтральної реакції за універсальним індикаторним папером, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см<sup>3</sup> стандартного розчину А містить 0,0001 г миш'яку.

**Розчин Б:** 10 см<sup>3</sup> стандартного розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см<sup>3</sup> стандартного розчину Б містить 0,00001 г миш'яку.

Розчин Б готують безпосередньо перед використанням.

**Розчин В:** 10 см<sup>3</sup> стандартного розчину Б вміщують у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують; готують безпосередньо перед застосуванням.

1 см<sup>3</sup> стандартного розчину В містить 0,000001 г миш'яку.

### 4.3 Аналізування

**4.3.1** Наважку сталі або чавуну залежно від масової частки миш'яку та відповідно до таблиці 1 вміщують у стакан (або конічну колбу) місткістю (250-300) см<sup>3</sup>, додають 30 см<sup>3</sup> суміші соляної і азотної кислот, у співвідношенні 3:1, накривають стакан годинниковим склом (далі скло) і розчиняють, помірно нагріваючи.

Таблиця 1

Масова частка миш'яку, %					Наважка проби, г	Розведення аналізованого розчину, см <sup>3</sup>	Аліквотна частина розчину, см <sup>3</sup>
Від	0,002	до	0,005	включ.	1,0	-	-
Понад	0,005	«	0,010	«	0,5	-	-
«	0,01	«	0,02	«	0,2	-	-
«	0,02	«	0,05	«	0,2	50	25
«	0,05	«	0,10	«	0,2	50	10
«	0,1	«	0,2	«	0,1	50	5

### 4.3.2 Відокремлення миш'яку дистиляцією у вигляді трихлористого миш'яку.

Після розчинення наважки скло знімають і змивають невеликою кількістю води. До розчину додають 10 см<sup>3</sup> ортофосфорної кислоти, розведеної 1:1, 10 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розведеної 1:1, та випарюють до початку виділення парів сірчаної кислоти. Вміст стакана охолоджують, обережно додають 30 см<sup>3</sup> соляної кислоти, розведеної 1:1 і переносять розчин у колбу для дистиляції місткістю 250 см<sup>3</sup> разом із солями, що не розчинилися, змиваючи стінки стакана 15 см<sup>3</sup> води. До розчину у колбі додають 0,5 г сірчаноокислого гідразину, 0,5 г бромистого калію та повільно відганяють трихлористий миш'як, нагріваючи розчин в апараті для дистиляції за температури (110-120)°С. Дистилят збирають у стакан місткістю 100 см<sup>3</sup>, у який попередньо вміщують 10 см<sup>3</sup> води. Дистиляцію продовжують, доки в приймач не перейде <sup>2</sup>/<sub>3</sub> початкового об'єму розчину. До дистиляту додають 10 см<sup>3</sup> азотної кислоти.

### **4.3.3 Відокремлення миш'яку осадженням тіоацетамідом у вигляді сульфїду.**

Після розчинення наважки, як зазначено в 4.3.1, скло обмивають невеликою кількістю води, додають 20 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розведеної 1:1, і випарюють до початку виділення парів сірчаної кислоти. Вміст стакана охолоджують, додають (40-50) см<sup>3</sup> води та розчиняють солі, нагріваючи, додають 10 см<sup>3</sup> розчину винної кислоти, нагрівають розчин ще протягом (5-10) хв й охолоджують. Потім додають аміак до рН 8 - 9 за універсальним індикаторним папером і нагрівають протягом (15-20) хв за температури (90-95) °С до повного розчинення осаду вольфрамної кислоти й охолоджують. До розчину додають сірчану кислоту, розведену 1:1, до рН 2 за універсальним індикаторним папером та 10 см<sup>3</sup> у надлишок, розчин доводять водою до 180 см<sup>3</sup> і нагрівають до кипіння. Обережно додають (2-5) г гідроксиламіну гідрохлориду та кип'ятять розчин до повного відновлення заліза (за реакцією з роданистим амонієм). Після цього додають 10 см<sup>3</sup> розчину тіоацетамїду, 1 см<sup>3</sup> розчину азотнокислої міді та витримують розчин з випавшим осадом сульфїдів протягом (10-15) хв на теплій плиті. Потім додають ще 10 см<sup>3</sup> розчину тіоацетамїду та витримують протягом (30-40) хв за температури (85 - 90) °С й охолоджують.

Через (4-18) год осад сульфїдів відфільтровують на два фільтри «біла стрічка», промивають (6-7) разів холодною водою. Фільтрат відкидають. Осад сульфїдів на фільтрі розчиняють у (30-40) см<sup>3</sup> гарячої суміші соляної й азотної кислот, розведеної 1:1, порціями по 10 см<sup>3</sup> і промивають залишок на фільтрі (3-4) рази гарячою водою, збираючи фільтрат і промивні води в стакан, у якому виконували осадження. Фільтр відкидають.

**4.3.4** Розчин у стакані, отриманий за 4.3.2 чи 4.3.3 упарюють до об'єму (20-30) см<sup>3</sup>. За масової частки миш'яку від 0,002% до 0,02% аналізування виконують з повної наважки, за масової частки миш'яку від 0,02% до 0,2% розчин переливають у мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>, доводять водою до позначки та перемішують. Аліквотну частину розчину (25-5) см<sup>3</sup> згідно з таблицею 1 вміщують у стакан місткістю 100 см<sup>3</sup>.

До розчину в стакані додають 10 см<sup>3</sup> азотної кислоти і випарюють розчин насухо. Сухий залишок у стакані витримують протягом (40-60) хв за температури (120 - 130) °С.

### **4.3.5 Визначення миш'яку з молібдато-гідразинним розчином (реакційною сумішшю)**

Після охолодження до вмісту в стакані, отриманому за 4.3.4, додають 20 см<sup>3</sup> молібдато-гідразинного розчину. Стакан накривають годинниковим склом та ставлять на киплячу водяну баню на 10 хв. Потім розчин охолоджують до 20 °С і переводять у мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>, доливають тим самим молібдато-гідразинним розчином до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють через 30 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 840 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 650 нм до 710 нм або від 710 нм до 900 нм. Як розчин порівняння використовують воду. Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на вміст миш'яку в реактивах. Від значення оптичної

## ДСТУ

густини аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини контрольного дослідю.

Масу миш'яку визначають за градувальним графіком.

### **4.3.6 Визначення миш'яку з хлорномолібдатним реактивом**

До сухого залишку в стакані, отриманому за 4.3.4, доливають 20 см<sup>3</sup> хлорномолібдатного реактиву, 1 см<sup>3</sup> розчину сірчанокислого гідразину чи 1 см<sup>3</sup> розчину аскорбінової кислоти, перемішують і нагрівають розчин на киплячій водяній бані протягом (10-15) хв. Розчин охолоджують, переводять у мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>, обмивають стінки стакана хлорномолібдатним реактивом, доливають цим же розчином до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють на спектрофотометрі за довжини хвилі 840 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 750 нм до 900 нм. Як розчин порівняння використовують воду. Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на вміст миш'яку в реактивах. Від значення оптичної густини аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини контрольного дослідю.

Масову частку миш'яку визначають за градувальним графіком.

### **4.3.7 Побудова градувального графіка**

У шість стаканів місткістю (250-300) см<sup>3</sup> вміщують наважки карбонільного заліза залежно від маси наважки проби (таблиця 1). В п'ять із них послідовно додають стандартний розчин миш'яку А чи Б, як зазначено в таблиці 2. Шостий стакан використовують для контрольного дослідю на вміст миш'яку в реактивах.

Таблиця 2

Масова частка миш'яку, %		Стандартний розчин миш'яку	Об'єм стандартного розчину, см <sup>3</sup>
Від 0,002	до 0,02 включ.	Розчин Б	0,00; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00
Понад 0,02	« 0,05 «	Розчин Б	0,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00
« 0,05	« 0,10 «	Розчин А	0,00; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50
« 0,10	« 0,20	Розчин А	0,00; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00

У кожний стакан додають 30 см<sup>3</sup> суміші соляної і азотної кислот, у співвідношенні 3:1, накривають стакан годинниковим склом і розчиняють, помірно нагріваючи, далі аналізування виконують, як зазначено в 4.3.2 - 4.3.6.

Із значення оптичної густини аналізованих розчинів віднімають значення оптичної густини розчину контрольного досвіду.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями масової частки миш'яку будують градувальний графік у координатах: оптична густина – масова частка миш'яку, у відсотках..

## **5 ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ МИШ'ЯКУ ВІД 0,02 % ДО 0,20 %**

### **5.1 Суть методу**

Метод ґрунтується на окисленні миш'яку (III) до миш'яку (V) у солянокислому середовищі під час титрування розчином бромнуватокислого калію та поте-

нціометричному визначенні кінця титрування. Миш'як заздалегідь відокремлюють від супутніх елементів дистиляцією трихлористого миш'яку із солянокислого розчину в присутності бромистого калію та сірчаноокислого гідразину.

## 5.2 Апаратура, реактиви та розчини

**Установка для потенціометричного титрування**, що складається з:

двох електродів: **індикаторного (платинового) й електрода порівняння** (каломельного чи вольфрамового);

**магнітної чи механічної мішалки;**

**мілівольтметра** постійного струму або **pH-метра**, який дає змогу чітко фіксувати зміну потенціалу в точці еквівалентності під час титрування. За потреби до приладу послідовно вмикають змінний опір, який дає змогу виконувати вимірювання в межах шкали приладу.

**Калій бромуватоокислий** - згідно з чинним НД, розчин молярною концентрацією еквівалента  $0,01 \text{ моль/дм}^3$ , готують так:  $0,2783 \text{ г}$  перекристалізованого з водного розчину та висушеного за температури  $(150-180)^\circ\text{C}$  бромуватоокислого калію розчиняють у  $(100-120) \text{ см}^3$  води. Розчин переводять у мірну колбу місткістю  $1 \text{ дм}^3$ , доливають водою до позначки та перемішують. Допустимо готувати розчин із фіксаналу.

Масова концентрація  $T$  розчину бромуватоокислого калію, виражена у грамах миш'яку на  $1 \text{ см}^3$  розчину, становить  $0,0003746$ . Масову концентрацію розчину бромуватоокислого калію  $T$  перевіряють за розчином тіосульфату натрію, миш'яковистим ангідридом або стандартним зразком, близьким за складом і масовою часткою миш'яку до аналізованої проби.

**Інші апаратура, реактиви та розчини** – відповідно до 4.2.

## 5.3 Аналізування

Наважку сталі або чавуну масою  $3 \text{ г}$  вміщують у стакан (колбу) місткістю  $600 \text{ см}^3$ , додають  $60 \text{ см}^3$  суміші соляної й азотної кислот та  $(25-30) \text{ см}^3$  сірчаної кислоти. Якщо аналізована проба містить вольфрам, додають  $30 \text{ см}^3$  ортофосфорної кислоти, розведеної 1:1. Стакан накривають склом і розчиняють пробу спочатку за кімнатної температури, а потім, помірно нагріваючи, до повного розчинення наважки. Скло обмивають невеликою кількістю води й випарюють розчин до початку виділення парів сірчаної кислоти. Вміст стакана охолоджують, обережно додають  $100 \text{ см}^3$  соляної кислоти, розведеної 1:1, і кількісно переводять розчин у колбу для дистиляції місткістю  $250 \text{ см}^3$ . Якщо вміст графіту підвищено, треба використовувати колбу місткістю  $500 \text{ см}^3$ , оскільки під час дистиляції відбувається спінювання розчину. У колбу з розчином додають  $1 \text{ г}$  бромистого калію,  $3 \text{ г}$  сірчаноокислого гідразину та повільно дистилюють трихлористий миш'як, нагріваючи розчин до температури не вище ніж  $(110-120)^\circ\text{C}$ . Дистилят збирають у стакан місткістю  $400 \text{ см}^3$ , у який заздалегідь вміщують  $40 \text{ см}^3$  води. Дистилювання продовжують, доки в приймач не перейде  $\frac{2}{3}$  від початкового об'єму розчину.

Стакан з дистилятом вміщують у прилад для потенціометричного титрування. В аналізований розчин занурюють електроди, вмикають магнітну мішалку, пе-

## ДСТУ

ремішують розчин протягом (0,5–1,0) хв і титрують розчином бромнуватокислого калію, додаючи його краплями з мікробюретки до різкого відхилення стрілки приладу. Об'єм розчину бромнуватокислого калію, що відповідає максимальній зміні показника приладу, беруть за об'єм, витрачений на титрування.

Після титрування електроди обмивають сірчаною кислотою, розведеною 1:10, а потім водою. Після закінчення роботи електроди залишають зануреними в стакан із водою.

### 5.4 Опрацювання результатів

5.4.1 Масову частку миш'яку  $X_2$ , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot T}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

де  $V$  - об'єм розчину бромнуватокислого калію, витраченого на титрування аналізованого розчину,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  - об'єм розчину бромнуватокислого калію, витраченого на титрування розчину контрольного дослідження,  $\text{см}^3$ ;

$T$  - масова концентрація розчину бромнуватокислого калію молярною концентрацією еквівалента 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, виражена в грамах миш'яку на 1  $\text{см}^3$  розчину;

$m$  - маса наважки аналізованої проби, г.

## 6 АТОМНО-АБСОРБЦІЙНИЙ НЕПОЛУМЕНЕВИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ МИШ'ЯКУ ВІД 0,0002 % ДО 0,01 %

### 6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на вимірюванні ступеня поглинання резонансного випромінювання за довжини хвилі 193,7 нм вільними атомами миш'яку, що утворюються під час уведення аналізованого розчину в графітову піч.

Миш'як заздалегідь відокремлюють від основних компонентів дистиляцією у вигляді трихлористого миш'яку із солянокислого розчину в присутності сірчанонокислого гідразину та бромистого калію чи осадженням тіоацетамідом у вигляді сульфідів в сірчанонокислому розчині молярною концентрацією еквівалента 0,5 моль/дм<sup>3</sup> у присутності колектора сульфідів міді та винної кислоти, як комплексоутворювальної речовини.

### 6.2 Апаратура, реактиви та розчини

Атомно-абсорбційний спектрофотометр будь-якого типу з усім приладдям і забезпечений графітовим атомізатором.

Лампа для визначення миш'яку.

Мікропіпетки місткістю 20  $\text{мкдм}^3$  та 50  $\text{мкдм}^3$ .



**Аргон високої чистоти** - згідно з чинним НД та **суміш аргону з 5 % водою**.

**Апарат для дистиляції миш'яку** будь-якого типу.

**Кислота сірчана** - згідно з чинним НД, розведена 1:1 і розчин молярною концентрацією еквівалента 2,5 моль/дм<sup>3</sup>.

**Решта реактивів та розчинів** - відповідно до 4.2.

### 6.3 Аналізування

**6.3.1** Наважку аналізованої проби залежно від масової частки миш'яку та відповідно до таблиці 3 вміщують у стакан (або конічну колбу) місткістю (250–300) см<sup>3</sup>, додають 30 см<sup>3</sup> суміші соляної й азотної кислот у співвідношенні 3:1, накривають стакан склом і розчиняють наважку помірно нагріваючи.

Таблиця 3

Масова частка миш'яку, %					Маса наважки, г	Аліквотна частина розчину, мкдм <sup>3</sup>
Від	0,0002	до	0,0010	включ.	0,5	50
Понад	0,001	«	0,002	«	0,25	50
«	0,002	«	0,005	«	0,1	50
«	0,005	«	0,010	«	0,1	20

Далі відокремлюють миш'як від супутніх елементів дистиляцією у вигляді трихлористого миш'яку, як зазначено в 4.3.2, або осадженням тіоацетамідом у вигляді сульфідів, як зазначено у 4.3.3.

До розчину, одержаного одним із зазначених способів, додають 10 см<sup>3</sup> азотної кислоти та випарюють насухо. Стакан (або колбу) накривають склом і розчиняють солі, нагріваючи, у 5 см<sup>3</sup> азотної кислоти, розведеної 1:1, й охолоджують.

Розчин переводять у мірну колбу місткістю 25 см<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують. Відбирають мікропіпеткою аліквотну частину розчину, від 20 мкдм<sup>3</sup> до 50 мкдм<sup>3</sup> відповідно до таблиці 3 і вводять у графітову піч та фіксують значення поглинання резонансного випромінювання вільними атомами миш'яку за довжини хвилі 193,7 нм. Вимірювання виконують не менше ніж для трьох паралельних аліквотних частин розчину. Піч прожарюють за максимальної температури протягом 5 с.

Масу миш'яку знаходять за градувальним графіком з урахуванням поправки контрольного дослідження.

### 6.3.2 Готування приладу до вимірювання

Вмикання приладу, налаштування спектрофотометра на резонансне випромінювання, регулювання блоку керування, блоку автоматизації виконують відповідно до інструкції, яку додають до приладу.

## ДСТУ

Умови визначення миш'яку:

- аналітична лінія ( $\lambda$ ) - 193,7 нм;
- спектральна ширина щілини - 0,7 нм;
- час висушування за температури 145 °С – 15 с;
- час розкладання за температури 900 °С – 12 с;
- час атомізації за температури 2250 °С – 5 с;
- режим інертного газу – мінімальний із відімкненням на стадії автомізації.

Для кожного спектрофотометра залежно від його типу відпрацьовано свої температурні режими.

### 6.3.3 Побудова градувального графіка

У шість стаканів місткістю (250-300) см<sup>3</sup> вміщують наважки карбонільного заліза залежно від маси наважки проби (таблиця 3). У п'ять із них послідовно додають стандартний розчин миш'яку В відповідно до таблиці 4.

Таблиця 4

Масова частка миш'яку, %	Об'єм стандартного розчину миш'яку В, см <sup>3</sup>
Від 0,0002 до 0,005 включ.	0,00; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00
Понад 0,005 « 0,10 «	0,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00

У кожен стакан додають по 30 см<sup>3</sup> суміші соляної та азотної кислот у співвідношенні 3:1 і далі аналізування виконують, як зазначено в 6.3.1 – 6.3.2.

Шостий стакан використовують для контрольного дослідження.

Від значення оптичної густини аналізованих розчинів віднімають значення оптичної густини розчину контрольного дослідження.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси миш'яку будують градувальний графік у координатах: оптична густина – маса миш'яку.

## 6.4 Опрацювання результатів

6.4.1 Масову частку миш'яку  $X_3$ , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

де  $m_1$  – маса миш'яку, визначена за градувальним графіком, г;

$m$  – маса наважки аналізованої проби, г

## 7 НОРМИ ТОЧНОСТІ

**7.1** Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки миш'яку наведено в таблиці 5.

Таблиця 5

У відсотках

Масова частка миш'яку	Границя допустимої похибки результату аналізування, $\Delta$	Допустима розбіжність			
		двох середніх результатів аналізування, виконаних у різних умовах, $D_2$	двох одночасних визначень, $d_2$	трьох одночасних визначень, $d_3$	результатів аналізування стандартного зразка від атестованого значення, $\delta$
Від 0,0002 до 0,0005 включ	0,00016	0,00020	0,00017	0,00020	0,00010
Понад 0,0005 « 0,001 «	0,0004	0,0005	0,0004	0,0005	0,0003
« 0,001 « 0,002 «	0,0008	0,0010	0,0008	0,0010	0,0005
« 0,002 « 0,005 «	0,0012	0,0015	0,0012	0,0015	0,0008
« 0,005 « 0,010 «	0,0024	0,0030	0,0025	0,0030	0,0016
« 0,01 « 0,02 «	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
« 0,02 « 0,05 «	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
« 0,05 « 0,10 «	0,010	0,012	0,010	0,012	0,006
« 0,1 « 0,2 «	0,016	0,020	0,017	0,020	0,010

## 8 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІ ОПЕРАТОРА

**8.1** До роботи з устаткуванням допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювань, інструкції з експлуатації устаткування, правила експлуатації електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і допущені до роботи в установленому на підприємстві (організації) порядку.

## 9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

**9.1** Під час аналізування треба дотримувати вимоги щодо безпеки, виробничої санітарії й охорони довкілля, викладені в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях, і розроблені на підставі ДСТУ 7237 та чинних нормативних документів.

**9.2** **Засторога! Особливу увагу треба звернути на вибухонебезпечність хлорної кислоти в присутності аміаку, сполук азоту й будь-яких органічних матеріалів.**

ДСТУ

Код УКНД 77.080.01

---

**Ключові слова:** атомно-абсорбційний метод, градувальний графік, миш'як, наважка, сталь, стандартний зразок, потенціометричний, похибка, розчин, фотометричний, чавун

---

**Генеральний директор  
ДП «УкрНТЦ «Енергосталь»**

**Д.В. Сталінський**

**Керівник розробки,  
заст. голови ТК 3,  
провідний науковий співробітник  
ДП «УкрНТЦ «Енергосталь»**

**Н.М. Гриценко**