ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р 57654— 2017**

# ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

## Метод измерений массовой доли мышьяка

**Издание официальное**

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 сентября 2017 г. № 1071-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Характеристики показателей точности измерений . . . . . 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы . . . . . 2
5 Метод измерений . . . . . 3
6 Подготовка к выполнению измерений . . . . . 3
7 Выполнение измерений . . . . . 4
8 Обработка результатов измерений . . . . . 5
Библиография . . . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

## Метод измерений массовой доли мышьяка

Dusts of non-ferrous metallurgy enterprises. Method of arsenic mass content measuring

**Дата введения — 2018—10—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пыли металлургических предприятий цветной металлургии и устанавливает атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой метод измерений массовой доли мышьяка в диапазоне от 0,005 % до 8,00 % включ.

Общие требования к методу измерений, требования безопасности при выполнении измерений, контроль точности результатов измерений — по ГОСТ 32221, ГОСТ Р 53198, отбор и подготовка проб для измерений — по нормативным документам на конкретную продукцию.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 1973 Ангидрид мышьяковистый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4201 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 22867 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32221 Концентраты медные. Методы анализа

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53198 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

**Издание официальное**

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Характеристики показателей точности измерений

Значения показателей точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли мышьяка при доверительной вероятности $P = 0,95$ должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателей точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли мышьяка при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

| Диапазон измерений массовой доли мышьяка | Показатель точности ± Δ | Предел (абсолютные значения) | |
|---|---|---|---|
| | | повторяемости $r$ ($n = 2$) | воспроизводимости $R$ |
| От 0,0050 до 0,0100 включ. | 0,0025 | 0,0021 | 0,0035 |
| Св. 0,0100 » 0,020 » | 0,004 | 0,003 | 0,005 |
| » 0,020 » 0,040 » | 0,005 | 0,005 | 0,007 |
| » 0,040 » 0,080 » | 0,011 | 0,010 | 0,015 |
| » 0,080 » 0,160 » | 0,021 | 0,020 | 0,030 |
| » 0,160 » 0,30 » | 0,05 | 0,04 | 0,07 |
| » 0,30 » 0,60 » | 0,11 | 0,08 | 0,15 |
| » 0,60 » 1,20 » | 0,18 | 0,15 | 0,25 |
| » 1,20 » 2,40 » | 0,25 | 0,25 | 0,35 |
| » 2,40 » 5,00 » | 0,40 | 0,30 | 0,50 |
| » 5,00 » 8,00 » | 0,50 | 0,50 | 0,65 |

## 4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения со всеми принадлежностями;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С, или аналогичную;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- колбы мерные 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—100—13/23 ТХС, Кн-2—250—19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—250 ТС по ГОСТ 25336;
- пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—2, 1—2—2—5, 1—2—2—10 по ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81);
- цилиндры, мензурки 50 по ГОСТ 1770;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- стандартный образец (СО) состава раствора ионов мышьяка с массовой концентрацией 0,1 мг/см$^3$.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;

- кислоту азотную по ГОСТ 4461 или кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 или кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленную 1:1, 5:95;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:3, 1:1;
- аргон газообразный по ГОСТ 10157;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 50 г/дм$^3$;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867;
- ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973;
- фенолфталеин по [2];
- смесь кислот: азотной и соляной (3:1);
- фильтры обеззоленные по [3] или аналогичные;
- мышьяк металлический по [4].

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

## 5 Метод измерений

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий мышьяка при возбуждении атомов раствора пробы в индуктивно связанной плазме.

## 6 Подготовка к выполнению измерений

### 6.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

### 6.2 Приготовление растворов известной концентрации

Приготовление раствора А ионов мышьяка массовой концентрации 1 мг/см$^3$

6.2.1 Из металлического мышьяка: в коническую колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 0,1000 г металлического мышьяка, приливают 20 см$^3$ смеси кислот азотной и соляной (3:1), растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до объема от 2 до 3 см$^3$, приливают 10 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, перемешивают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

6.2.2 Из мышьяковистого ангидрида: в коническую колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 0,1320 г оксида мышьяка, приливают от 5 до 7 см$^3$ раствора гидроокиси натрия при умеренном нагревании, приливают 50 см$^3$ воды, 1 каплю раствора фенолфталеина и нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:3. К раствору осторожно при перемешивании добавляют 1,0 г кислого углекислого натрия, раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

6.2.3 При приготовлении раствора Б ионов мышьяка массовой концентрации 0,1 мг/см$^3$ 10 см$^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают до метки раствором соляной кислоты, разбавленной 5:95, и перемешивают.

6.2.4 При приготовлении раствора В ионов мышьяка массовой концентрации 0,01 мг/см$^3$ 10 см$^3$ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают до метки раствором соляной кислоты, разбавленной 5:95, и перемешивают.

6.2.5 Срок хранения раствора А — 1 год, раствора Б — 3 месяца, раствор В применяют свежеприготовленным.

**6.2.6 Приготовление раствора из стандартного образца состава раствора ионов мышьяка**

Раствор В массовой концентрации мышьяка 0,01 мг/см$^3$ готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 10 см$^3$ СО раствора ионов мышьяка массовой концентрации 0,1 мг/см$^3$, доливают до метки раствором соляной кислоты, разбавленной 5:95, и перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

### 6.3 Построение градуировочных графиков

6.3.1 Для построения градуировочных графиков готовят серию градуировочных растворов

Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ каждая помещают аликвоты раствора мышьяка согласно таблице 2, приливают 10 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 2

| Номер градуировочного раствора | Исходный раствор | Аликвота, см$^3$ | Массовая концентрация мышьяка в градуировочном растворе, мкг/см$^3$ | Массовая доля мышьяка, % | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | 0,5 г пробы на 100 см$^3$ | 0,1 г пробы на 100 см$^3$ |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1 | В | 1,0 | 0,1 | 0,002 | 0,010 |
| 2 | В | 5,0 | 0,5 | 0,010 | 0,050 |
| 3 | Б | 1,0 | 1,0 | 0,020 | 0,10 |
| 4 | Б | 2,0 | 2,0 | 0,04 | 0,20 |
| 5 | Б | 5,0 | 5,0 | 0,50 | 0,50 |
| 6 | А | 1,0 | 10,0 | 0,20 | 1,00 |
| 7 | А | 2,0 | 20,0 | 0,40 | 2,00 |
| 8 | А | 5,0 | 50,0 | 1,00 | 5,00 |

Примечание — Значения концентрации мышьяка в градуировочных растворах носят рекомендательный характер и зависят от характеристик используемого атомно-эмиссионного прибора, интервала определяемых концентраций. Для построения градуировочного графика допускается использовать 3—7 градуировочных растворов, но менее 3.

6.3.2 Определение градуировочных характеристик, обработку и хранение результатов градуировки проводят с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов мышьяка в каждом градуировочном растворе. Рекомендуемая длина волны для измерения эмиссии 189,042 (193,759) нм. Мощность плазмы, расход аргона, высоту регистрируемой зоны плазмы и другие параметры устанавливают таким образом, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения мышьяка.

Рассчитывают градуировочные графики измеряемого компонента (мышьяка) с помощью программного обеспечения в координатах: среднее значение интенсивности излучения — концентрация мышьяка (мкг/см$^3$, мг/см$^3$ или %). Полученную градуировочную характеристику сохраняют в памяти управляющей программы.

## 7 Выполнение измерений

### 7.1 Разложение материала пробы

Навеску пробы массой от 0,1 до 0,5 г , в зависимости от массовой доли мышьяка в пробе, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, смачивают от 0,5 до 1 см$^3$ воды, приливают от 10 до 15 см$^3$ азотной кислоты, затем от 10 до 15 см$^3$ соляной кислоты. Стакан (колбу) накрывают крышкой и выдерживают «на холоду» до прекращения бурной реакции. После прекращения бурной реакции стакан (колбу) ставят на плиту для дальнейшего растворения. Нагревают до растворения навески. Затем выпаривают раствор при умеренном нагревании до объема от 5 до 10 см$^3$. В стакан (колбу) приливают 5 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до начала выделения паров серной кислоты. Если раствор приобретает темную окраску и если в растворе остаются корольки серы черного цвета, то для их окисления, в момент выделения паров серной кислоты, прибавляют по каплям азотную кислоту или небольшими порциями прибавляют от 0,02 до 0,05 г азотнокислого аммония до удаления корольков серы. Раствор охлаждают, осторожно обмывают стенки колбы (стакана) водой и повторяют выпаривание до выделения паров серной кислоты. Стакан (колбу) охлаждают, приливают 10 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, от 30 до 50 см$^3$ воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Если в мерной колбе присутствует нерастворимый осадок, то дают ему отстояться или раствор фильтруют в сухой стакан (колбу), отбрасывая первые порции фильтрата.

Для внесения поправки на массовую долю мышьяка в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт.

7.2 Выполнение измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

7.3 Выполняют два параллельных измерения.

7.4 Если величина аналитического сигнала мышьяка в анализируемом растворе выше его аналитического сигнала верхней точки градуировочного графика, то аликвоту анализируемого раствора объемом от 10 до 20 см$^3$ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают 2 см$^3$ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, соляную кислоту, разбавленную 1:1, для создания кислотности 5 % по объему, затем доливают до метки водой. Раствор перемешивают. При расчете массовой доли мышьяка учитывают дополнительное разбавление.

## 8 Обработка результатов измерений

8.1 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации мышьяка в пробе проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

8.2 Если результат измерений анализируемого раствора выдается программным обеспечением в виде массовой концентрации мышьяка (мкг/см$^3$), то массовую долю мышьяка в пробе $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV100}{1000000m} = \frac{C}{100m}, \quad (1)$$

где $C$ — массовая концентрация мышьяка, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мкг/см$^3$;

$V$ — объем раствора, равный 100 см$^3$;

1000000 — коэффициент перехода от микрограммов к граммам;

100 — коэффициент перехода к процентам;

$m$ — масса навески пробы, г.

8.3 При дополнительном разбавлении массовую долю мышьяка в пробе $X_1$, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{CVV_1100}{mV_2 1000000} = \frac{C_1}{mV_2}, \quad (2)$$

где $C_1$ — массовая концентрация мышьяка, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мкг/см$^3$;

$V$ — объем анализируемого раствора, равный 100 см$^3$;

$V_1$ — конечный объем анализируемого раствора, равный 100 см$^3$;

$V_2$ — объем аликвоты раствора, см$^3$;

1000000 — коэффициент перехода от микрограммов к граммам;

100 — коэффициент перехода к процентам;

$m$ — масса навески пробы, г.

8.4 Если концентрация мышьяка в градуировочном растворе выражена в массовой доле (%) на определенную (расчетную) навеску пробы, то массовую долю мышьяка в пробе $X_2$, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{Wm_r}{m}, \quad (3)$$

где $W$ — массовая доля мышьяка, найденная по градуировочному графику, %;

$m_r$ — масса расчетной навески, г ;

$m$ — масса навески пробы, г.

Результаты измерений представляют в виде $X \pm \Delta$ (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$), где $X$ — результат измерений, %;

$\pm\Delta$ — показатель точности измерений, %.

8.5 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P$ = 0,95) предела повторяемости $r$, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.2.2.1).

8.6 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости $R$, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

## Библиография


[1] Технические условия ТУ 4389-001-4330709—2008 — Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] Технические условия ТУ 6-09-5360—88 — Фенолфталеин

[3] Технические условия ТУ 2642-001-45235143—2011 — Фильтры бумажные лабораторные

[4] Технические условия ТУ 113-12-112—89 — Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений «особо чистый»

УДК 622.343—15:546.77.06:006.354 ОКС 73.060.99

Ключевые слова: пыли металлургических предприятий цветной металлургии, раствор, метод измерений массовой доли мышьяка, градуировочный график, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 9—2017/176

Редактор *Н.Н. Кузьмина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 14.09.2017. Подписано в печать 05.10.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 22 экз. Зак. 1682.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru