



ОПРЕДЕЛЕНИЕ **МЫШЬЯКА** И **СЕЛЕНА** В ИСКОПАЕМЫХ УГЛЯХ

ГОСТ Р 54242-2010
ГОСТ ISO 11723-2019
ASTM D4606-15

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время сжигание ископаемого угля представляет собой один из главных источников поступления летучих токсичных элементов в окружающую среду. Мышьяк и селен, содержащиеся в углях, относятся к высокотоксичным элементам, техногенное рассеивание которых в мире при сжигании данного топлива ежегодно исчисляется десятками и сотнями тысяч тонн. Природные содержания этих элементов в добываемом угле сильно варьируются в зависимости от месторождения и могут составлять от десятых долей мг/кг (ppm) до тысяч мг/кг.

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Сущность метода заключается в прокаливании при определенных условиях предварительно отобранной и измельченной навески угля со смесью Эшка, с последующим извлечением соединений мышьяка и селена из полученной золы раствором соляной кислоты и атомно-абсорбционным определением данных элементов в подготовленном растворе.

Метод атомной абсорбции с электротермической атомизацией, реализованный в спектрометрах серии «МГА», позволяет определять мышьяк и селен в углях на уровне природных содержаний (десятые доли мг/кг и выше). При этом для определения **высоких содержаний** данных элементов (более 1 мг/кг) применяется **прямой** ввод раствора подготовленной пробы в графитовую печь спектрометра. *Малые содержания* (менее 1 мг/кг) определяются с использованием *гидридной техники*, предполагающей промежуточное концентрирование определяемого элемента на поверхности графитовой печи (спектрометр серии «МГА» с ртутно-гидридной приставкой «РГП-915»).

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

- атомно-абсорбционный спектрометр «МГА-915» (любая модификация) или «МГА-1000»;
- муфельная электрическая печь с автоматическим терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 750 °С;
- ГСО состава раствора ионов определяемых элементов;
- вода бидистиллированная или деионизованная;
- кислота соляная, ос.ч.;
- кислота азотная концентрированная, ос.ч.;
- палладия нитрат, имп., напр., производства фирмы «Merck», кат. № 107289;
- смесь Эшка, напр., производства фирмы «Merck», кат. № 103162.0250 (или оксид магния (ГОСТ 4526-75) и карбонат натрия (ГОСТ 83-79), необходимые для ее приготовления);
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 10–100 мкл, например, фирмы «Biohit Corp.».

Для определения *низких содержаний* (десятые доли мг/кг) дополнительно необходимы:

- ртутно-гидридная приставка «РГП-915»;
- натрия боргидрид, имп., напр., производства фирмы «Fluka», кат. № 71321;
- натрия гидроксид, х.ч. или ч.д.а.

ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

Отбор проб углей проводят согласно ASTM D2013/2013M-18, ГОСТ 10742-71 или другой действующей документации.

Пробу готовят в соответствии со стандартом ASTM D4606-15 «Standard Test Method for Determination of Arsenic and Selenium in Coal by the Hydride Generation/Atomic Absorption Method» («Стандартный тест-метод для определения мышьяка и селена в углях методом атомной абсорбции с генерацией гидридов»).



ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Все измерения проводят в соответствии с «Руководством по эксплуатации спектрометра «МГА-915/1000»».

Сбор и обработку данных с последующим формированием отчета в удобном для пользователя виде осуществляют с использованием программного обеспечения.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДРУГИХ ЭЛЕМЕНТОВ

Спектрометры серии «МГА» также могут быть использованы для определения целого ряда токсичных и промышленно-значимых элементов в углях (Ag, Au, Ba, Be, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Ge, Ga, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Sr, Ti, Tl, V, Zn) в широком диапазоне содержаний после перевода этих элементов в соответствующие растворы.

Для *прямого определения содержания ртути в углях согласно ASTM D6722-11* специалисты ГК «ЛЮМЭКС» рекомендуют использовать **анализатор ртути «РА-915М» с пиролитической приставкой «ПИРО-915+»**.

Вся информация в данной листовке является справочной. По вопросу получения более подробной информации следует обращаться к разработчику спектрометров «МГА» – ГК «ЛЮМЭКС»: methodists@lumex.ru