УДК 669.018.44:546.19.06:006.354 Группа В39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

Методы определения мышьяка

ГОСТ 24018.6—80

Nickel — based fireresistant alloys.
Methods for the determination of arsenic

МКС 77.120.40
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка (при массовых долях от 0,001 % до 0,010 %) и непламенный атомно-абсорбционный метод определения мышьяка (при массовых долях от 0,0001 % до 0,005 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24018.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании синего мышьяково-молибденового комплекса в результате взаимодействия пятивалентного мышьяка с молибденовокислым аммонием в присутствии восстановителя — сернокислого гидразина. Мышьяк предварительно отделяют от сопутствующих элементов сплава отгонкой в виде треххлористого мышьяка из солянокислого раствора в присутствии восстановителей сернокислого гидразина и бромистого калия или осаждением сначала аммиаком с гидроокисью железа, затем в виде сульфида тиоацетамидом в сернокислом растворе с молярной концентрацией эквивалента 0,5 моль/дм^3 с использованием в качестве коллектора сульфида меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Термометр.

Аппарат для отгонки мышьяка по ГОСТ 14204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ГОСТ 14262 и разбавленная 1:4, 1:1.

Кислота хлорная, раствор с массовой концентрацией 57 г/см^3, (г/дм^3).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552 и разбавленная 1:1.

Смесь соляной и азотной кислот: к 150 см^3 соляной кислоты приливают 50 см^3 азотной кислоты и перемешивают; и разбавленная 1:1, готовят непосредственно перед использованием.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой концентрацией 50 г/см^3, (г/дм^3).

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ГОСТ 24147 и разбавленный 1:500.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522, раствор с массовой концентрацией 5 г/см^3, (г/дм^3).

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 5 г/см^3, (г/дм^3).

Ксилол.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Спирт этиловый по ГОСТ 5962* или ГОСТ 18300.

Тиоацетамид, перекристаллизованный из ксилола, раствор с массовой концентрацией 2 г/см^3, (г/дм^3).

Перекристаллизация тиоацетамида: 30 г тиоацетамида растворяют в 100 см^3 ксилола при температуре 85 °С — 95 °С при перемешивании. Верхний слой раствора осторожно сливают в сухой стакан вместимостью 600—800 см^3. В стакан с остатком прибавляют 100 см^3 ксилола и снова растворяют при температуре 85 °С — 90 °С. Верхний слой раствора тиоацетамида сливают в тот же стакан вместимостью 600—800 см^3. Эту операцию повторяют 4—5 раз. Остаток отбрасывают. Полученный раствор охлаждают в проточной воде. Выпавшие кристаллы тиоацетамида отфильтровывают на воронку Бюхнера с двумя фильтрами средней плотности (белая лента). Кристаллы промывают 2—3 раза ксилолом, высушивают на воздухе.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора.

Перекристаллизация молибденовокислого аммония: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см^3 воды при температуре 70 °С — 80 °С. Горячий раствор фильтруют через плотный фильтр в стакан, содержащий 300 см^3 этилового спирта. Раствор охлаждают и выдерживают в проточной воде в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера с фильтром средней плотности (белая лента), кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см^3, высушивают на воздухе.

Хлорномолибдатный реактив: 5 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см^3 воды при нагревании, охлаждают. Затем в стакан вместимостью 1 дм^3 приливают 500 см^3 воды, 230 см^3 хлорной кислоты и постепенно при перемешивании вводят раствор молибденовокислого аммония. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят непосредственно перед использованием.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор с массовой концентрацией 0,15 г/см^3, (г/дм^3).

Кислота аскорбиновая, пищевая, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/см^3, (г/дм^3).

Никелевый порошок по ГОСТ 9722.

Медь марки М00бк по ГОСТ 859.

Медь азотнокислая, раствор с массовой концентрацией 1 г/см^3, (г/дм^3):

1 г металлической меди растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты (1:1).

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Железо карбонильное марки ПС по ГОСТ 13610.

Железо сернокислое, раствор с массовой концентрацией 1 г/см^3, (г/дм^3):

1 г карбонильного железа растворяют в 30 см^3 серной кислоты (1:4) при нагревании. Затем приливают осторожно по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора. Раствор кипятят, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Ангидрид мышьяковистый марки «рафинированный» по ГОСТ 1973.

Натрий мышьяковистокислый орто (Na_3AsO_3).

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,132 г ангидрида мышьяковистого растворяют в 5 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 5 г/см^3, (дм^3), разбавляют водой до 200 см^3 и прибавляют серную кислоту (1:1) до нейтральной реакции по универсальному индикатору. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается приготовление стандартного раствора из мышьяковистокислого натрия орто. 0,256 г мышьяковистокислого натрия орто растворяют в 200 см^3 воды и далее поступают, как указано выше при приготовлении раствора из мышьяковистого ангидрида.

1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,0001 г мышьяка.

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора Б содержит 0,00001 г мышьяка, готовят непосредственно перед использованием.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Определение мышьяка после предварительного отделения отгонкой в виде треххлористого мышьяка

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

Массу навески сплава: 1 г при массовой доле мышьяка от 0,001 % до 0,005 % или 0,5 г при массовой доле мышьяка свыше 0,005 % до 0,010 % помещают в стакан (или колбу) вместимостью 250—300 см^3, приливают 30 см^3 смеси соляной и азотной кислот, накрывают стакан (или колбу) часовым стеклом и растворяют навеску сплава при нагревании. К раствору добавляют 15 см^3 хлорной кислоты, выпаривают раствор до начала выделения паров хлорной кислоты и нагревают в течение 15—20 мин для окисления хрома (III) до хрома (VI).

Соли растворяют в 100—120 см^3 воды при нагревании, приливают 3 см^3 раствора сернокислого железа и предварительно отделяют мышьяк аммиаком с гидроокисью железа, добавляя раствор аммиака до начала выпадения гидроокиси железа и избыток его 10—15 см^3. Содержимое стакана (или колбы) нагревают в течение 5—10 мин для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности (белая лента), промывают 5—7 раз горячим раствором аммиака (1:500). Осадок растворяют на фильтре в 30—40 см^3 горячей смеси соляной и азотной кислот (1:1) порциями по 10 см^3. Промывают фильтр горячей водой 3—4 раза, фильтр отбрасывают.

К фильтрату приливают 10 см^3 серной кислоты, 10 см^3 фосфорной кислоты (1:1) и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Обмывают стенки стакана или колбы водой и вновь выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают. Осторожно приливают 5 см^3 воды и переносят раствор в дистилляционную колбу, прибавляют 15 см^3 соляной кислоты, 0,5 г бромистого калия, 0,5 г сернокислого гидразина и медленно, нагревая раствор, отгоняют треххлористый мышьяк при температуре не выше 120 °С. Дистиллят собирают в стакан (или колбу) вместимостью 100 см^3, в который предварительно наливают 10 см^3 воды. Отгонку продолжают до тех пор, пока в приемник не перейдет $^2/_3$ первоначального объема раствора.

К дистилляту прибавляют 10 см^3 азотной кислоты, выпаривают раствор досуха и нагревают сухой остаток в течение 40—60 мин при 120 °С — 130 °С. После охлаждения к содержимому стакана или колбы прибавляют 20 см^3 хлорномолибдатного реактива, 1 см^3 раствора сернокислого гидразина или 1 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и нагревают раствор на кипящей водяной бане в течение 10—15 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки хлорномолибдатным реактивом, перемешивают. Одновременно с выполнением определения проводят контрольный опыт, в который предварительно добавляют 3 см^3 раствора сернокислого железа.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при λ_{max} = 840 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 640 до 700 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют воду. Массу мышьяка находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

2.3.2. Определение мышьяка после предварительного отделения тиоацетамидом в виде сульфида

Массу навески сплава 1 г при массовой доле мышьяка от 0,001 % до 0,005 % или 0,5 г при массовой доле мышьяка свыше 0,005 % до 0,010 % помещают в стакан (или колбу) вместимостью 250—300 см^3, приливают 30 см^3 смеси соляной и азотной кислот, накрывают стакан или колбу часовым стеклом и растворяют навеску сплава при нагревании.

К раствору добавляют 15 см^3 хлорной кислоты, выпаривают раствор до выделения паров хлорной кислоты и нагревают в течение 15—30 мин для окисления хрома (III) до хрома (VI).

Соли растворяют в 100—120 см^3 воды при нагревании, приливают 3 см^3 раствора сернокислого железа и предварительно отделяют мышьяк аммиаком с гидроокисью железа, добавляя раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроокиси железа и избыток его 10—15 см^3. Раствор с осадком нагревают в течение 5—10 мин для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности «белая лента», промывают 5—7 раз горячим раствором аммиака (1:500) и растворяют на фильтре 50 см^3 горячей серной кислоты (1:4), порциями по 10—15 см^3. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и отбрасывают.

К фильтрату приливают 10 см^3 раствора винной кислоты с массовой концентрацией 50 г/см^3, (дм^3), нагревают раствор в течение 10—15 мин при 90 °С — 95 °С, охлаждают, приливают раствор аммиака до pH 8—9 по универсальному индикатору и нагревают раствор в течение 15—20 мин при температуре 90 °С — 95 °С до полного растворения осадка. К раствору приливают серной кислоты (1:1) до pH 2 по универсальному индикатору и избыток 10 см^3, доливают раствор водой до приблизительно 180 см^3 и нагревают до кипения. Осторожно добавляют 1—2 г гидроксиламина гидрохлорида, кипятят раствор до полного восстановления железа (по реакции с роданистым аммонием). Прибавляют 10 см^3 раствора тиоацетамида, 1 см^3 раствора азотнокислой меди, выдерживают раствор с выпавшим осадком сульфидов в течение 10—15 мин на теплом месте плиты, прибавляют еще 10 см^3 раствора тиоацетамида, оставляют стоять при температуре 85 °С — 90 °С 30—40 мин и охлаждают.

Через 4 ч осадок сульфидов отфильтровывают на два фильтра средней плотности «белая лента», промывают 6—7 раз водой, растворяют сульфиды в 30—40 $см^3$ горячей смеси соляной и азотной кислот (1:1) порциями по 10 $см^3$. Промывают остаток на фильтре горячей водой 3—4 раза, фильтр отбрасывают. Раствор выпаривают до объема 3—5 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ хлорной кислоты и выпаривают до начала выделения паров хлорной кислоты. Обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают до выделения паров хлорной кислоты. После этого выпаривание до паров хлорной кислоты повторяют еще раз.

Добавляют 20 $см^3$ хлорномолибдатного реактива, 1 $см^3$ раствора сернокислого гидразина или 1 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане 10—15 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают до метки хлорномолибдатным реактивом, перемешивают. Одновременно с выполнением определения проводят контрольный опыт, в который предварительно добавляют 3 $см^3$ раствора сернокислого железа.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при λ_{max} = 840 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 640 до 700 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют воду. Массу мышьяка находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.3. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов или колб вместимостью 250—300 $см^3$ помещают по 0,5 г никелевого порошка. В пять стаканов (или колб) приливают последовательно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б мышьяка.

Шестой стакан (или колба) служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы (или колбы) добавляют по 3 $см^3$ раствора сернокислого железа, по 30 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот и по 10 $см^3$ хлорной кислоты. Растворы выпаривают до появления паров хлорной кислоты и далее поступают, как указано в пп. 2.3.1 и 2.3.2.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им массам мышьяка строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. НЕПЛАМЕННЫЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении величины поглощения излучения свободными атомами мышьяка при λ = 193,7 нм, образующимися при введении анализируемого раствора в графитовую кювету. Мышьяк предварительно отделяют от сопутствующих элементов сплава отгонкой в виде треххлористого мышьяка из солянокислого раствора в присутствии восстановителей сернокислого гидразина и бромистого калия или осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в 1 моль/$дм^3$ сернокислом растворе с использованием в качестве коллектора сульфида меди.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с электротермическим атомизатором.

Лампа для определения мышьяка.

Термометр.

Аргон особой чистоты по ГОСТ 10157 или смесь аргона с 5 % водорода.

Аппарат для отгонки мышьяка по ГОСТ 14204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262 и разбавленная 1:4, 1:1.

Кислота хлорная, раствор с массовой концентрацией 57 г/см^3, (г/дм^3).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552 и разбавленная 1:1.

Смесь соляной и азотной кислот: к 150 см^3 соляной кислоты приливают 50 см^3 азотной кислоты и перемешивают; и разбавленная 1:1. Смесь кислот готовят непосредственно перед использованием.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой концентрацией 50 г/см^3, (г/дм^3).

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:500.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522, раствор с массовой концентрацией 5 г/см^3, (г/дм^3).

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 5 г/см^3, (г/дм^3).

Ксилол.

Тиоацетамид, перекристаллизованный в ксилоле, раствор с массовой концентрацией 2 г/см^3, (г/дм^3).

Перекристаллизация тиоацетамида: 30 г тиоацетамида растворяют в 100 см^3 ксилола при температуре 85 °С — 95 °С при перемешивании. Верхний слой раствора осторожно сливают в сухой стакан вместимостью 600—800 см^3. В стакан с остатком прибавляют 100 см^3 ксилола и снова растворяют при температуре 85 °С — 90 °С.

Верхний слой раствора тиоацетамида сливают в тот же стакан вместимостью 600—800 см^3. Эту операцию повторяют 4—5 раз. Остаток отбрасывают. Полученный раствор охлаждают в проточной воде. Выпавшие кристаллы тиоацетамида отфильтровывают на воронку Бюхнера с двумя фильтрами средней плотности (белая лента). Кристаллы промывают 2—3 раза ксилолом, высушивают на воздухе.

Универсальная индикаторная бумага, pH 1—10.

Никелевый порошок по ГОСТ 9722.

Медь марки М00бк по ГОСТ 859.

Медь азотнокислая, раствор с массовой концентрацией 1 г/см^3, (г/дм^3):

1 г металлической меди растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты (1:1).

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Железо карбонильное марки ПС по ГОСТ 13610.

Железо сернокислое, раствор с массовой концентрацией 1 г/см^3, (г/дм^3):

1 г карбонильного железа растворяют в 30 см^3 серной кислоты (1:4) при нагревании. Затем приливают осторожно по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора. Раствор кипятят, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,01 г железа.

Ангидрид мышьяковистый марки «рафинированный» по ГОСТ 1973.

Натрий мышьяковистокислый орто (Na_3AsO_3).

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,132 г ангидрида мышьяковистого растворяют в 5 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 5 г/см^3, (дм^3), разбавляют водой до 200 см^3 и прибавляют серную кислоту (1:1) до нейтральной реакции по универсальному индикатору. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. Допускается приготовление стандартного раствора из мышьяковистокислого натрия орто. 0,256 г мышьяковистокислого натрия орто растворяют в 200 см^3 воды и далее поступают, как указано выше при приготовлении раствора из мышьяковистого ангидрида.

1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,0001 г мышьяка.

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора Б содержит 0,00001 г мышьяка, готовят непосредственно перед использованием.

Раствор В: 10 см^3 стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают, готовят непосредственно перед использованием.

1 см^3 стандартного раствора В содержит 0,000001 г мышьяка.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Определение мышьяка после предварительного отделения отгонкой в виде треххлористого мышьяка

Массу навески сплава (табл. 2) помещают в стакан (или колбу) вместимостью 250—300 см^3, приливают 30 см^3 смеси соляной и азотной кислот, накрывают стакан (или колбу) часовым стеклом и растворяют навеску сплавов при нагревании. К раствору добавляют 15 см^3 хлорной кислоты, выпаривают раствор до начала выделения паров хлорной кислоты и нагревают в течение 15—20 мин для окисления хрома (III) до хрома (VI).

Таблица 2*

Массовая доля мышьяка, %	Масса навески, г
От 0,0001 до 0,0005	1,0
Св. 0,0005 » 0,001	0,5
» 0,001 » 0,002	0,25
» 0,002 » 0,005	0,1

Соли растворяют в 100—120 см^3 воды при нагревании, приливают 3 см^3 раствора сернокислого железа и предварительно отделяют мышьяк аммиаком с гидроокисью железа, добавляя раствор аммиака до начала выпадения гидроокиси железа и избыток его 10—15 см^3. Содержимое стакана (или колбы) нагревают в течение 5—10 мин для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности «белая лента», промывают 5—7 раз горячим раствором аммиака (1:500). Осадок растворяют на фильтре в 30—40 см^3 горячей смеси соляной и азотной кислот (1:1) порциями по 10 см^3. Промывают фильтр горячей водой 3—4 раза, фильтр отбрасывают.

К фильтрату приливают 10 см^3 серной кислоты, 10 см^3 фосфорной кислоты (1:1) и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Обмывают стенки стакана (или колбы) водой и вновь выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты, охлаждают. Осторожно приливают 5 см^3 воды, переносят растворы в дистилляционную колбу, прибавляют 15 см^3 соляной кислоты, 0,5 г бромистого калия, 0,5 г сернокислого гидразина и медленно, нагревая раствор, отгоняют треххлористый мышьяк при температуре не выше 120 °С. Дистиллят собирают в стакан (или колбу) вместимостью 100 см^3, в который предварительно приливают 10 см^3 воды. Отгонку продолжают до тех пор, пока в приемник не перейдет $^2/_3$ первоначального объема раствора.

К дистилляту прибавляют 10 см^3 азотной кислоты, выпаривают раствор до влажных солей; к сухому остатку приливают 5 см^3 азотной кислоты и вновь выпаривают до влажных солей. Осадок растворяют в 5 см^3 азотной кислоты (1:1) при нагревании, приливают 5 см^3 воды, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают микропипеткой аликвотную часть полученного раствора, равную 50 мкдм^3, вводят его в графитовую кювету и фиксируют величину поглощения излучения с помощью регистрирующего устройства. Для измерения отбирают не менее трех аликвотных частей раствора.

Одновременно с выполнением определения проводят контрольный опыт, в который предварительно добавляют 3 см^3 раствора сернокислого железа.

Массу мышьяка в испытуемом растворе находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. Определение мышьяка после предварительного отделения тиоацетамидом в виде сульфида

Массу навески сплава в зависимости от массовой доли мышьяка определяют по табл. 2, помещают в стакан (или колбу) вместимостью 250—300 см^3, приливают 30 см^3 смеси соляной и азотной кислот, накрывают стакан или колбу часовым стеклом и растворяют навеску сплава при нагревании. К раствору добавляют 15 см^3 хлорной кислоты, выпаривают раствор до выделения паров хлорной кислоты и нагревают в течение 15—20 мин для окисления хрома (III) до хрома (VI).

Соли растворяют в 100—120 см^3 воды при нагревании, приливают 3 см^3 раствора сернокислого железа и предварительно отделяют мышьяк аммиаком с гидроокисью железа, добавляя раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроокиси железа и избыток его 10—15 см^3. Раствор с осадком нагревают в течение 5—10 мин для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности «белая лента», промывают 5—7 раз горячим раствором аммиака (1:500) и растворяют на фильтре 50 см^3 горячей серной кислоты (1:4) порциями по 10—15 см^3. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и отбрасывают.

* Табл. 1. **(Исключена, Изм. № 2).**

К фильтрату приливают 10 см³ раствора винной кислоты, нагревают раствор в течение 10—15 мин при 90 °С — 95 °С, охлаждают, приливают раствор аммиака до pH 8—9 по универсальному индикатору и нагревают раствор в течение 15—20 мин при температуре 90 °С — 95 °С до полного растворения осадка. К раствору приливают серной кислоты (1:1) до pH 2 по универсальному индикатору и избыток 10 см³, доливают раствор водой до 180 см³ и нагревают до кипения. Осторожно добавляют 1—2 г гидроксиламина гидрохлорида и кипятят раствор до полного восстановления железа (по реакции с роданистым аммонием). Прибавляют 10 см³ раствора тиоацетамида, 1 см³ раствора азотнокислой меди, выдерживают раствор с выпавшим осадком сульфидов в течение 10—15 мин на теплом месте плиты, прибавляют еще 10 см³ раствора тиоацетамида, оставляют стоять 30—40 мин при температуре 85 °С — 90 °С и охлаждают.

Через 4 ч осадок сульфидов отфильтровывают на два фильтра средней плотности «белая лента», промывают 6—7 раз водой, растворяют сульфиды в 30—40 см³ горячей смеси соляной и азотной кислот (1:1), порциями по 10 см³. Промывают остаток на фильтре горячей водой 3—4 раза, фильтр отбрасывают. Раствор выпаривают до влажных солей; к сухому остатку приливают 5 см³ азотной кислоты и вновь выпаривают до влажных солей.

Осадок растворяют в 5 см³ азотной кислоты (1:1) при нагревании, приливают 5 см³ воды, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³ воды, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают микропипеткой аликвотную часть раствора, равную 50 мкдм³, вводят в графитовую кювету и фиксируют величину поглощения излучения с помощью регистрирующего устройства. Для измерения отбирают не менее трех аликвотных частей раствора.

Одновременно с выполнением определения проводят контрольный опыт, в который предварительно добавляют 3 см³ раствора сернокислого железа.

Массу мышьяка с учетом поправки контрольного опыта находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3.3. Подготовка прибора к измерению

Включение прибора, настройку спектрофотометра на резонансное излучение при $\lambda = 193{,}7$ нм, регулировку блока управления блока атомизации проводят согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Условия определения мышьяка:

Аналитическая линия — 193,7 нм.

Спектральная ширина щели — 0,7 нм.

Время высушивания при 145 °С — 15 с.

Время разложения при 900 °С — 12 с.

Время атомизации при 2250 °С — 5 с.

Определение проводят в минимальном потоке газа на стадии атомизации.

3.3.4. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов или колб вместимостью 250—300 см³ помещают по 0,5 г никелевого порошка. В пять стаканов (или колб) приливают последовательно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора В мышьяка. Шестой стакан (или колба) служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы (или колбы) добавляют по 3 см³ раствора сернокислого железа, по 30 см³ смеси соляной и азотной кислот и по 15 см³ хлорной кислоты. Растворы выпаривают до появления паров хлорной кислоты и далее поступают, как указано в пп. 3.3.1 и 3.3.2. Из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им значениям концентраций мышьяка строят градуировочный график.

3.3.3, 3.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100,$$

где m — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески сплава, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,0001
Св. 0,0002 » 0,0005 »	0,0002
» 0,0005 » 0,001 »	0,0005
» 0,001 » 0,002 »	0,001
» 0,002 » 0,005 »	0,0015

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.80 № 958**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 859—78	2.2, 3.2	ГОСТ 6552—80	2.2, 3.2
ГОСТ 1973—77	2.2, 3.2	ГОСТ 9722—79	2.2, 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 10157—79	3.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2	ГОСТ 11125—84	2.2, 3.2
ГОСТ 3765—78	2.2	ГОСТ 13610—79	2.2, 3.2
ГОСТ 4160—74	2.2, 3.2	ГОСТ 14204—69	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 14261—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2, 3.2	ГОСТ 14262—78	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 5456—79	2.2, 3.2	ГОСТ 19522—74	2.2, 3.2
ГОСТ 5817—77	2.2, 3.2	ГОСТ 24018.0—90	1
ГОСТ 5841—74	2.2	ГОСТ 24147—80	2.2
ГОСТ 5962—67	2.2		

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

6. **ИЗДАНИЕ (август 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., декабре 1990 г. (ИУС 4—86, 3—91)**

Содержание

ГОСТ 24018.0—90 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 24018.1—80 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Методы определения олова . . . 5

ГОСТ 24018.2—80 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Методы определения сурьмы . 13

ГОСТ 24018.3—80 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Методы определения свинца . 22

ГОСТ 24018.4—80 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Методы определения висмута. 29

ГОСТ 24018.5—80 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Метод определения свинца и висмута 35

ГОСТ 24018.6—80 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Методы определения мышьяка 41

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Н.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 10.06.2004. Подписано в печать 11.08.2004. Усл. печ. л. 6,05.
Уч.-изд. л. 5,45. Тираж 172 экз. С 3106. Зак. 707.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru