УДК 669.018 : 44 : 546.19.06 Группа В39

(2) По всему тексту ТУ заменить „мл" на „см³", „л" на „дм³".

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЫШЬЯКА	ОСТ1 90182—75

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на сплавы жаропрочные и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания мышьяка после предварительного отделения тиоацетамидом в виде сульфида (при содержании мышьяка от 0,001 до 0,01%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа по ОСТ1 90181—75

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на образовании молибденовой сини в результате взаимодействия пятивалентного мышьяка с молибденовокислым аммонием в присутствии восстановителя — сернокислого гидразина. Мышьяк предварительно отделяют от элементов, влияющих на определение мышьяка: в виде сульфида тиоацетамидом в 1 н. сернокислом растворе с использованием в качестве коллектора сульфида меди.

Определение заканчивают измерением содержания мышьяка фотоколориметрическим методом.

Время проведения анализа 2,4 *час.*

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ~~марки ФЭК-II-57~~; (2)

Кислота соляная по ГОСТ 3118—~~67~~ 77 или по ГОСТ 14261—69;

Рег. № ВИФС—4469 от 30/VII 1975 г.

РАЗРАБОТАН ВИАМ	УТВЕРЖДЕН МАП 16/V 1975 г.	Срок введения с 1/VII 1976 г.
		Срок действия до ~~1/VII 1981 г.~~ 1986 г. ~~1991 г.~~ ~~Ин. Ук. 7-81~~ ~~Ин. Ук. 9-86~~

РС01.07.96г. (9-91)

gost.e-ecolog.ru

кислота азотная по ГОСТ 4461—67 или по ГОСТ 11125—78, разбавленная 1 : 1;

кислота серная по ГОСТ 4204—66 или по ГОСТ 14262—78, разбавленная 1 : 1.

смесь кислот: 3 части соляной кислоты (плотность 1, 19) и 1 часть азотной кислоты (плотность 1, 14); доп. см. изм. 2

кислота винная по ГОСТ 5817—69, 50%-ный раствор,

аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 25%-ный раствор,

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65, 10%-ный раствор;

медь азотнокислая по ТУ6-09-3757-74 ГОСТ 4163—68, 1%-ный раствор;

готовят следующим образом: 1 *г* электролитной (спектрально чистой) меди растворяют в 7—10 *см*³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 *см*³, доливают до метки водой и перемешивают,

гиоацетамид 2%-ный раствор; готовят следующим образом: 20 *г* перекристаллизованного в ксилоле тиоацетамида растворяют в 1 *см*³ воды. Перекристаллизацию проводят следующим образом. 30 *г* тиоацетамида растворяют в 100 *см*³ ксилола при температуре 85—95°С. Раствор перемешивают, верхний его слой осторожно сливают в сухой стакан вместимостью 600—800 *см*³. К оставшейся части раствора тиоацетамида прибавляют 100 *см*³ ксилола и снова растворяют при температуре 85—90°С. Раствор тиоацетамида сливают в тот же стакан вместимостью 600—800 *см*³.

Перекристаллизацию тиоацетамида повторяют 4—5 раз

Полученный раствор тиоацетамида охлаждают в проточной водяной бане Выпавшие кристаллы тиоацетамида отфильтровывают через воронку Бюхнера с двумя фильтрами «белая лента», отсасывая маточный раствор.

Кристаллы промывают 2—3 раза ксилолом и высушивают на воздухе;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 1%-ный раствор, перекристаллизованный из спиртового раствора.

Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят следующим образом: 250 *г* молибдата аммония растворяют в 400 *см*³ воды при температуре 70—80°С.

Горячий раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в стакан, содержащий 300 *см*³ этилового спирта.

Раствор охлаждают до температуры 10°С и дают отстояться в течение 1 *час*.

Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 *см*³, высушивают на воздухе;

гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, 0,15%-ный раствор;

натрий мышьяковистокислый, стандартные растворы:

раствор А; готовят следующим образом: 0,132 *г* мышьяковистого ангидрида растворяют в 5 *мл* 3%-ного раствора едкого натра по ГОСТ 4328—66, разбавляют водой до 200 *мл* и прибавляют серную кислоту, разбавленную 1 : 1, до нейтральной реакции по индикатору лакмусу.

Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доливают до метки водой и перемешивают.

1 *мл* полученного раствора содержит 0,0001 *г* мышьяка;

раствор Б; готовят следующим образом: 10 *мл* стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают до метки водой и перемешивают.

1 *мл* раствора Б содержит 0,00001 *г* мышьяка;

универсальный индикатор;

индикатор конго красный по ГОСТ 5552-74.

индикатор лакмус.

дополн. см. Изм. 2.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Для определения содержания мышьяка навески сплава 1 *г* (при содержании мышьяка от 0,001 до 0,005%) или 0,5 *г* (при содержании мышьяка от 0,005 до 0,010%) помещают в стакан вместимостью 250 *мл*, приливают 30—50 *мл* смеси соляной и азотной кислот, нагревают до растворения навески сплава, охлаждают, приливают 10 *мл* серной кислоты (плотность 1,84), выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают, растворяют соли при нагревании в 100 *мл* воды, отфильтровывают осадок выделившейся кремниевой кислоты; ~~добавляют 10 *мл* винной кислоты, создают pH=2 аммиаком, прибавляют 5 *мл* серной кислоты (плотность 1,84), разбавляют водой до 100 *мл*; добавляют 0,01 *г* раствора меди и 1 *г* гидроксиламина солянокислого.~~

Нагревают раствор до кипения, прибавляют 15 *мл* 2%-ного раствора тиоацетамида, выдерживают раствор с выпавшим осадком сульфидов 10—15 *мин* на теплом месте плиты, прибавляют еще 15 *мл* тиоацетамида и оставляют стоять 4 *час*.

Примечание. Если осаждают мышьяк из растворов, содержащих трехвалентное железо, то вначале прибавляют в количестве, необходимом для восстановления железа, солянокислый гидроксиламин.

Осадок сульфидов отфильтровывают на 2 фильтра «белая лента», промывают 6—7 раз водой, затем сульфиды растворяют в горячей смеси кислот (3 части соляной кислоты и 1 часть азотной кислоты), разбавленной 2 : 1, промывают остаток на фильтре горячей водой 3—4 раза, фильтр отбрасывают, а к фильтрату прибавляют 2 *мл* серной кислоты (плотность 1,84), выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, смывают стенки стакана водой и выпа-

ривают, прибавляют 15 мл воды при нагревании и вновь охлаждают К раствору прибавляют аммиак до pH=2 Раствор переносят в колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 2,5 мл 1%-ного раствора молибденовокислого аммония и 1 мл 0,15%-ного раствора сернокислого гидразина, колбу помещают в горячую «баню» и выдерживают 30 *мин*, затем раствор охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре ФЭК-Н-57 в кювете с толщиной рабочего слоя 20 *мм* с красным светофильтром № 7 В качестве раствора сравнения используют воду

при длине волны от 640 до 700 нм

«холостую», проведенную через весь ход анализа.

5. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1 Содержание мышьяка находят по градуировочному графику. При определении мышьяка от 0,0005 до 0,010% содержание мышьяка, найденное по градуировочному графику, умножают на 2.

5 2 Построение градуировочного графика В шесть стаканов приливают последовательно 1, 2, 3, 4, 5, 6 мл стандартного раствора Б мышьяковистокислого натрия, содержащего 0,00001 *г*/мл мышьяка, что соответствует 0,001, 0,002, 0,003, 0,004; 0,005, 0,006% мышьяка при навеске сплава 1 *г*

В седьмой стакан помещают раствор контрольного опыта по определению содержания мышьяка в реактивах Затем во все семь стаканов добавляют по 30 мл смеси соляной и азотной кислот и по 10 мл серной кислоты

Растворы выпаривают до появления паров серной кислоты и далее поступают, как указано в п 4

При измерении оптической плотности раствора в качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, одновременно проведенного через все стадии анализа. По найденным значениям оптической плотности растворов строят градуировочный график.

5.3. Допустимые отклонения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в таблице

Содержание мышьяка, %	Допустимые отклонения между крайними результатами анализа
От 0,001 до 0,003	~~0,0002~~ 0,0010
Св 0 003 до 0,005	~~0,0003~~ 0,0015
Св 0,005 до 0 008	~~0,0005~~ 0,0020
Св 0,008 до 0.010	~~0,0008~~ 0,0025

gost.e-ecolog.ru