ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

ГОСТ 6689.13—92

Издание официальное

14 р. 50 к. БЗ 5—92/638

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения мышьяка

ГОСТ 6689.13—92

Nickel, , nickel and copper-nickel alloys. Methods for the determination of arsenic

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения мышьяка (при массовой доле мышьяка от 0,0005 до 0,05 %) и атомно-абсорбционный метод определения мышьяка (при массовой доле от 0,005 до 0,05 %) в никеле, никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином до мышьяковомолибденовой сини. Метод включает отделение мышьяка от основных компонентов сплавов соосаждением с гидроокисью железа с последующей экстракцией в виде йодида мышьяка (III) четыреххлористым углеродом и реэкстракцией его водой.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:3.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Смесь кислот для растворения: концентрированные азотная и соляная кислоты в соотношении 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:4 и 3 моль/дм³ раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Калий йодистый по ГОСТ 4332, раствор в концентрированной соляной кислоте: 1 г йодистого калия растворяют в 60 см³ концентрированной соляной кислоты; готовят в день применения.

Промывной раствор: три части раствора йодистого калия смешивают с одной частью воды.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841 и раствор 1,5 г/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 10 г/дм³ в 3 моль/дм³ растворе серной кислоты; готовят из перекристаллизованного препарата. Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят по ГОСТ 6689.7.

Смесь реакционная: к 50 см³ раствора молибденовокислого аммония прибавляют 5 см³ раствора сернокислого гидразина и доливают водой до объема 100 см³; готовят в день применения.

Квасцы железоаммонийные по НТД, раствор 100 г/дм³.

10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см³ воды и 5 см³ концентрированной азотной кислоты, раствор фильтруют и разбавляют водой до 100 см³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм³.

Фенолфталеин, раствор 10 г/дм³ в этиловом спирте.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Ангидрид мышьяковистый.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,132 г мышьяковистого ангидрида растворяют при нагревании в 10 см³ раствора гидроокиси натрия, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, нейтрализуют по фенолфталеину соляной кислотой (1:3) и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0002 г мышьяка.

Раствор Б: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г мышьяка.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для сплавов, содержащих менее 0,1 % кремния и не содержащих хром и вольфрам*

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют 20—30 см³ азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения навески часовое стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, раствор разбавляют водой до 120—150 см³, добавляют 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов (при массовой доле железа в сплаве более 0,1 % железоаммонийные квасцы не добавляют), нагревают до 60—70 °С и осаждают гидроокись железа, осторожно добавляя концентрированный аммиак до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди и сверх этого еще 5—6 см³ избытка аммиака.

Таблица 1

Массовая доля мышьяка	Масса сплава	Мерная колба вместимостью, см³	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,0005 до 0,0015 включ.	2	—	Весь раствор
Св. 0,0015 » 0,005 »	1	—	Весь раствор
» 0,005 » 0,01 »	1	50	20
» 0,01 » 0,025 »	0,5	50	20
» 0,025 » 0,05 »	0,5	100	20

Раствор выдерживают в течение 30 мин при 60—70 °С для коагуляции осадка гидроокиси железа. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают 6—8 раз горячим раствором аммиака (1:50), растворяют на фильтре 25 см горячей серной кислоты (1:4), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр 5—7 раз промывают горячей водой (если в сплаве присутствует марганец, то при растворении осадка в стакан добавляют несколько капель перекиси водорода). Осаждение, фильтрование, промывание и растворение осадка проводят трижды. Раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения ополаскивают стенки стакана водой и повторяют упаривание до появления белого дыма серной кислоты, затем добавляют в стакан 0,2—0,3 г сернокислого гидразина и нагревают 5—10 мин.

При массовой доле мышьяка в сплаве менее 0,005 % остаток после выпаривания растворяют в 15 см³ воды, раствор помещают в делительную воронку вместимостью 250—300 см³ и ополаскивают стенки стакана 5 см³ воды.

При массовой доле мышьяка в сплаве свыше 0,005 % в стакан добавляют 35—40 см³ воды, раствор помещают в мерную колбу (см. табл. 1) и разбавляют до метки водой. Аликвотную часть — 20 см³ помещают в делительную воронку вместимостью 250—

—300 см³, добавляют 60 см³ раствора йодистого калия, 30 см³ четыреххлористого углерода и экстрагируют мышьяк в течение 2 мин. Органический слой помещают во вторую делительную воронку вместимостью 100—150 см³, а в первую добавляют 15 см³ четыреххлористого углерода и повторяют экстракцию еще раз. Экстракты объединяют, промывают в течение 2 мин 20 см³ промывного раствора и помещают органический слой в третью делительную воронку вместимостью 100—150 см³, в нее добавляют 15 см³ воды и проводят реэкстракцию мышьяка в течение 2 мин.

Органический слой сливают в четвертую делительную воронку вместимостью 100—150 см³ и повторяют реэкстракцию в тех же условиях. Водные реэкстракты помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски, которую разрушают, добавляя по каплям раствор сернокислого гидразина. Добавляют 4 см³ реакционной смеси и колбу с раствором помещают в кипящую водяную баню. Спустя 10—15 мин, раствор охлаждают, доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

2.3.2. *Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,1 %*

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку, добавляют 20—25 см³ азотной кислоты (1:1), 1—3 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. После охлаждения стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 5 см³ концентрированной серной кислоты и раствор упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают; ополаскивают стенки водой и повторяют упаривание до начала выделения белого дыма серной кислоты. После охлаждения остаток растворяют при нагревании в 35—40 см³ воды, помещают в стакан вместимостью 250 см³, разбавляют водой до 120—150 см³, нагревают до 60—70 °С и осаждают гидроокись железа, осторожно добавляя аммиак до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди и сверх этого еще 5—6 см³ избытка аммиака.

Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. *Для сплавов, содержащих хром*

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку, добавляют 20—25 см³ азотной кислоты (1:1), 1—2 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании.

После охлаждения стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 10 см³ концентрированной серной кислоты и раствор упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, ополаскивают стенки водой и повторяют упаривание до начала выделения белого дыма серной кислоты. После охлажде-

ния остаток растворяют при нагревании в 35—40 см³ воды, раствор помещают в стакан вместимостью 300—400 см³ и разбавляют водой до 200 см³, добавляют раствор азотнокислого серебра: 15 см³ — при навеске сплава 2 г, 8 см³ при навеске 1 г и 4 см³ — при навеске 0,5 г. Вводят 5 г надсернокислого аммония (для окисления хрома), раствор нагревают до кипения и кипятят до полного разложения надсернокислого аммония (до полного прекращения выделения пузырьков кислорода). Раствор охлаждают до 60—70 °С, ополаскивают стенки стакана водой, добавляют 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и осаждают гидроокись железа, осторожно добавляя концентрированный аммиак до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди и сверх этого 5—6 см³ аммиака в избыток. Далее анализ ведут, как указано в п.2.3.1.

2.3.4. *Для сплавов, содержащих вольфрам*

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 60—80 см³ смеси кислот для растворения и при нагревании растворяют. К раствору добавляют 5 см³ концентрированной серной кислоты и упаривают до 10—12 см³. Раствор разбавляют 30 см³ воды и выпавший осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на двойной плотный фильтр. Стакан и осадок промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (1:1). Осадок с фильтром выбрасывают, а к фильтрату добавляют 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов, нагревают до 60—70 °С и осаждают гидроокись железа, осторожно добавляя аммиак до образования аммиачных растворимых комплексов никеля и меди и сверх этого 5—6 см³ избытка аммиака. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.5. *Построение градуировочного графика*

В стаканы, вместимостью по 250 см³, помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора Б мышьяка, добавляют до 10 см³ концентрированной азотной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане.

Остаток растворяют в воде, раствор разбавляют водой до 120—150 см³, добавляют по 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов, нагревают до 60—70 °С и осаждают гидроокись железа аммиаком. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1 при массовой доле мышьяка менее 0,005 %.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, г,

m — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,001 » 0,005 »	0,0008	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,0015	0,002
» 0,01 » 0,02 »	0,004	0,005
» 0,02 » 0,05 »	0,007	0,01

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых или медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяковомолибденовой сини. Предварительно мышьяк от основных компонентов сплавов отделяют соосаждением с гидроокисью железа с последующим выделением мышьяка дистилляцией треххлористого мышьяка из солянокислого, раствора.

3.2. Аппаратура реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Аппарат для дистилляции мышьяка по п. 3.3.1 или другой прибор подобного типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:3.

Смесь кислот для растворения: одну часть концентрированной азотной кислоты смешивают с тремя частями концентрированной соляной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:4, 1:5 и 3 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841 и раствор 1 г/дм³.

Калий бромистый кристаллический по ГОСТ 4160.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 10 г/дм³ в 3 моль/дм³ растворе серной кислоты: готовят из перекристаллизованного препарата. Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят по ГОСТ 6689.7.

Смесь реакционная свежеприготовленная: 50 см³ раствора молибденовокислого аммония разбавляют водой до 150 см³, прибавляют 50 см³ раствора сернокислого гидразина и доливают водой до 500 см³.

Квасцы железоаммонийные по НТД, раствор 100 г/дм³ (приготовление по п. 2.2).

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм³.

Фенолфталеин, раствор 10 г/дм³ в этиловом спирте.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478.

Ангидрид мышьяковистый.

Стандартные растворы мышьяка (приготовление по п. 2.2).

3.3. Проведение анализа

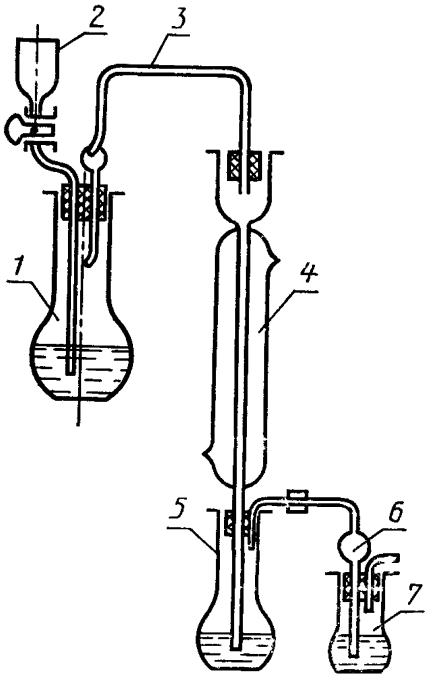
3.3.1. Навеску сплава (см. табл. 1) растворяют и выделяют мышьяк соосаждением с гидроокисью железа, как указано в п. 2.3.1. Остаток после двукратного упаривания до выделения белого дыма серной кислоты охлаждают и осторожно растворяют в 20 см³ воды.

В перегонную колбу *1* аппарата (чертеж) помещают 2 г сернокислого гидразина и 1 г бромистого калия, в приемники *5* и *7* заливают 25—30 см³ и 10—15 см³ воды соответственно, добавляют в каждый приемник по 1—2 капли перекиси водорода и собирают аппарат в соответствии с чертежом.

Анализируемый раствор через капельную воронку *2* помещают в перегонную колбу *1*. Стакан ополаскивают концентрированной соляной кислотой и раствор переносят через воронку *2* в колбу *1*. В колбу *1* через воронку *2* добавляют 50 см³ концентрированной соляной кислоты и отгоняют треххлористый мышьяк при нагревании. Отгоняют $^3/_4$ первоначального объема раствора в колбе *1* при равномерном кипении (для обеспечения равномерного кипения в колбу *1* помещают несколько стеклянных бусинок).

По окончании отгонки дистиллят из приемников *5* и *7* объединяют в зависимости от массовой доли мышьяка в сплаве: в стакан вместимостью 100 см³, если мышьяка менее 0,005 %, или в мерную колбу (см. табл. 1), если мышьяка более 0,005 %.

В колбе раствор доливают до метки водой и перемешивают.



1 — перегонная колба; *2* — капельная воронка; *3* — трубка с гидрозатвором; *4* — холодильник; *5* — приемник; *6* — гидрозатвор; *7* — контрольный приемник

В зависимости от массовой доли мышьяка ко всему раствору или его аликвотной части, отобранной согласно табл. 1, помещенной в стакан вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и выпаривают при умеренном нагревании досуха. Стакан с сухим остатком помещают в сушильный шкаф и оставляют на 1 ч при 130 °С.

К охлажденному остатку прибавляют 35 см^3 реакционной смеси, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают на водяной бане при 100 °С в течение 10 мин. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см, доливают реакционной смесью до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора при 750 или 660 нм на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний*

Навеску сплава (см. табл. 1) растворяют, как указано в п. 2.3.2, выделяют мышьяк соосаждением с гидроокисью железа и осадок обрабатывают, как указано в п. 2.3.1. Остаток после двукратного упаривания до белого дыма с серной кислотой охлаждают, осторожно растворяют в небольшом количестве воды и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Для сплавов, содержащих хром*

Навеску сплава (см. табл. 1) растворяют, как указано в п. 2.3.3, и выделяют мышьяк соосаждением с гидроокисью железа, как указано в п.2.3.1.Остаток после двукратного упаривания с серной кислотой охлаждают и осторожно растворяют в небольшом количестве воды. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Для сплавов, содержащих вольфрам*

Навеску сплава (см. табл. 1) растворяют, отделяют вольфрам, как указано в п. 2.3.4, и выделяют мышьяк соосаждением с гидроокисью железа, как указано в п. 2.3.1.

Остаток после двукратного выпаривания с серной кислотой охлаждают и осторожно растворяют в небольшом количестве воды. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.5. *Построение градуировочного графика*

В стаканы вместимостью по 100 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 стандартного раствора Б мышьяка. Во все стаканы добавляют по 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и выпаривают растворы досуха на водяной бане. Стаканы с сухим остатком помещают в сушильный шкаф и оставляют на 1 ч при 130 °С и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1, для сплавов с массовой долей мышьяка менее 0,005 %. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий мышьяка.

3.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Расхождение результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением с результатами, полученными атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

4 1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в кислотах, выделении мышьяка соосаждением с гидроокисью железа, растворении осадка в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции мышьяка в пламени ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота при длине волны 193,7 нм

4 2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно абсорбционный спектрометр с источником излучения для мышьяка

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 1

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 1 и 1 5

Смесь кислот смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10489.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 1

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 99

Водорода перекись по ГОСТ 10929

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 80 г/дм^3 свежеприготовленный

Железо, восстановленное водородом

Железа хлорид раствор 0,75 г железа растворяют в 20 см^3 соляной кислоты с добавлением раствора перекиси водорода, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доливают водой до метки

1 см^3 раствора содержит 0,003 г железа

Ангидрид мышьяковистый

Стандартный раствор мышьяка 1,3200 г мышьяковистого ангидрида растворяют в 20 см^3 раствора гидроокиси натрия, добавляют 10 см^3 воды, 10 см^3 раствора соляной кислоты (1 5), переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают водой до метки

1 см^3 раствора содержит 0,001 г мышьяка

4 3 Проведение анализа

4 3 1 *Для сплавов содержащих кремний не более 0,05 %*

Навеску сплава массой 5 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют при нагревании в 40 см^3 смеси кислот Раствор разбавляют водой до объема 200 см^3, добавляют 10 см^3 раствора хлорида железа, нагревают до 70 °С, осторожно нейтрализуют аммиаком до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди и добавляют еще 5 см^3 в избыток Раствор кипятят и оставляют в теплом месте на 30 мин, затем фильтруют через фильтр средней плотности Осадок на фильтре промывают три раза горячим раствором аммиака (1 99), затем два раза го-

рячей водой. Осадок растворяют в 10 см³ горячего раствора соляной кислоты (1:1), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25см³ и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт.

Измеряют атомную абсорбцию мышьяка в пламени ацетилен-воздух и ацетилен-закись азота параллельно с градуировочными растворами при длине волны 193,7 нм.

4.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний свыше 0,05 %*

Навеску пробы массой 5 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 30 см³ раствора азотной кислоты (1:1) и 5 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, добавляют 50 см³ воды и кипятят до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 10 см³ раствора хлорида железа и далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см³ стандартного раствора мышьяка, что соответствует 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 мг мышьяка, доливают до метки раствором соляной кислоты (1:5). Измеряют атомную абсорбцию мышьяка, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация мышьяка в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация мышьяка в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

4.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых или медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическими методами в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.13—80**

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2 4 3, 4 4 3
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 1277—75	2 2, 3 2
ГОСТ 3118—77	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 3760—79	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 3765—78	2 2, 3 2
ГОСТ 4160—74	3.2
ГОСТ 4166—76	2.2
ГОСТ 4204—77	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 4328—77	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 4332—76	2 2
ГОСТ 4461—77	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 5841—74	2 2, 3 2
ГОСТ 6689 1—92	Разд 1
ГОСТ 6689 7—92	2 2, 3 2
ГОСТ 10484—78	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 18300—87	2 2, 3.2
ГОСТ 10929—76	2 2; 3 2; 4 2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 20228—74	2 2
ГОСТ 20478—75	2 2, 3 2
ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 25086—87	Разд 1, 2 4 3, 4 4 3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Г. А. Васильева*

Сдано в наб 29 06 92 Подп в печ 14 08 92 Усл печ. л. 1,0. Усл кр отт. 1,0. Уч изд. л. 0,85 Тир 668 экз.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер , 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1521