Группа В59

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения мышьяка

ГОСТ 15027.8—77

Non-tin bronze.
Methods for the determination of arsenic

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка с предварительной отгонкой его, экстракционно-фотометрический метод определения мышьяка (при массовой доле мышьяка от 0,001% до 0,4%) и азотно-абсорбционный метод определения мышьяка (при массовой доле мышьяка от 0,005% до 0,4%) в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ОТГОНКОЙ МЫШЬЯКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении мышьяка аммиаком на железном коллекторе, дистилляции хлористого мышьяка и последующем фотометрическом определении мышьяка в виде мышьяково-молибденовой сини при длине волны 750 или 660 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Прибор для дистилляции мышьяка по ГОСТ 14204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Перекись (пероксид) водорода по ГОСТ 10929, 30%-ный раствор.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841 и раствор 1 г/дм^3.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из этилового спирта, раствор 10 г/дм^3 в растворе 3 моль/дм^3 серной кислоты.

Перекристаллизацию производят следующим образом: 70 г соли растворяют в 400 см^3 горячей воды и дважды фильтруют через плотный фильтр. К раствору добавляют 250 см^3 этилового спирта и после отстаивания в течение 1 ч выделившиеся кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают полученные кристаллы, снова растворяют в 400 см^3 воды и повторяют перекристаллизацию.

gost.e-ecolog.ru

После второго отсасывания кристаллы промывают несколько раз смесью спирта с водой (5:8) и высушивают на воздухе.

Реакционная смесь, свежеприготовленная:

50 см^3 раствора молибденовокислого аммония разбавляют водой до 150 см^3, добавляют 50 см^3 раствора сернокислого гидразина и доливают водой до 500 см^3.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм^3.

Ангидрид мышьяковистый.

Фенолфталеин, раствор 10 г/дм^3 в этиловом спирте.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Сухая смесь сернокислого гидразина и бромистого калия в соотношении 1:1.

Растворы мышьяка.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1320 г мышьяковистого ангидрида растворяют при нагревании в 10 см^3 раствора едкого натра, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, нейтрализуют по фенолфталеину соляной кислотой, разбавленной 1:3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0002 г мышьяка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г мышьяка.

Медь марки М00 по ГОСТ 859.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:20.

Смесь кислот свежеприготовленная; готовят следующим образом: три объема соляной кислоты смешивают с одним объемом азотной кислоты.

Железо, восстановленное водородом.

Железо хлорное, раствор; готовят следующим образом: 0,75 г железа растворяют в 20 см^3 концентрированной соляной кислоты с добавкой пероксида водорода. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для всех бронз, кроме бронзы марки БрКМц 3—1*

Навеску бронзы массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3 и растворяют без нагревания в 10 см^3 смеси кислот. Раствор разбавляют водой до объема 100 см^3, прибавляют 10 см^3 раствора хлорного железа, нагревают до 70 °С и добавляют аммиак до полного перехода меди в аммиачный комплекс. Через 30 мин осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают несколько раз аммиаком, разбавленным 1:20, затем теплой водой. Осадок гидроксидов растворяют в 25 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, в стакан, в котором проводилось осаждение, и промывают фильтр 5—7 раз горячей водой.

Раствор упаривают до белого дыма серной кислоты, охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и снова повторяют упаривание до белого дыма.

Остаток охлаждают, обмывают стенки стакана водой и растворяют остаток в небольшом объеме воды (около 20 см^3), раствор переводят в дистилляционную колбу прибора, содержащую 1 г сухой смеси гидразина с бромистым калием, и соединяют колбу с холодильником.

Приливают в колбу 50 см^3 концентрированной соляной кислоты и отгоняют мышьяк в виде трихлорида, отгоняя 2/3 первоначального объема, при равномерном кипении (для равномерного кипения в колбу помещают стеклянные бусы). Дистиллят собирают в колбу-приемник вместимостью 250 см^3, содержащую 25—30 см^3 воды. Во избежание частичного улетучивания мышьяка присоединяют контрольный приемник с 10—15 см^3 воды. В обе колбы добавляют по 1—2 капли пероксида водорода. Дистиллят и жидкость контрольного приемника объединяют, приливают 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и выпаривают раствор досуха, не допуская нагревания остатка выше 130 °С. Стакан с сухим остатком выдерживают в сушильном шкафу в течение 1 ч при 120—130 °С. После охлаждения сухой остаток смачивают 1—2 каплями раствора гидроксида натрия, приливают 20 см^3 воды и кипятят 3—5 мин. Охлажденный раствор нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:5, до перехода красной окраски индикаторной бумаги конго в синюю и приливают еще 3—5 капель раствора серной кислоты. Затем переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (при массовой доле мышьяка до 0,025% используют весь раствор).

Раствор в мерной колбе доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля мышьяка, %	Объем аликвотной части раствора, $см^3$	Масса навески, соответствующая взятой аликвотной части, г
До 0,025	Весь раствор	0,2
Св. 0,025 » 0,05	20	0,04
» 0,05 » 0,20	10	0,02
» 0,20 » 0,40	5	0,01

Аликвотную часть раствора (табл. 1) или весь раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 35 $см^3$ реакционной смеси и нагревают на водяной бане 10—15 мин для развития окраски.

Окрашенный раствор охлаждают, доливают реакционной смесью до метки, перемешивают и измеряют его оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при длине волны 600 или 750 нм в кювете длиной 5 см или на спектрофотометре в кювете длиной 1 см. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Содержание мышьяка находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.3.2. *Для бронз марок БрКМц 3—1*

Навеску массой 1 г помещают в платиновую чашку, приливают 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2 $см^3$ фтористоводородной кислоты и нагревают до растворения навески. Раствор выпаривают почти досуха. Затем приливают 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до густого белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, растворяют в 50 $см^3$ воды и небольшом количестве соляной кислоты, разбавленной 1:2, раствор переносят в стакан вместимостью 600 $см^3$ и продолжают анализ, как указано в п. 2.3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В стаканы вместимостью по 100 $см^3$ помещают по 0,2 г меди, наливают стандартный раствор Б в количестве 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$, приливают по 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. После растворения пробы вводят по 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и наливают до выделения белого дыма серной кислоты. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

Примечание. При построении градуировочного графика анализ бронзы марки БрКМц 3—1, указанный в п. 2.3.2, проводят в платиновых чашках и вводят по 1 г меди.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий машьяка.

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, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	d, %	D, %	Массовая доля мышьяка, %	d, %	D, %
До 0,005	0,001	0,001	Св. 0,02 до 0,05	0,007	0,01
Св. 0,005 » 0,01	0,0015	0,002	» 0,05 » 0,15	0,01	0,01
» 0,01 » 0,02	0,004	0,006	» 0,15 » 0,40	0,02	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого мышьяково-молибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяково-молибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Мышьяк от основных компонентов сплавов предварительно отделяют соосаждением с гидроксидом железа и последующей экстракцией в виде йодида мышьяка (III) четыреххлористым углеродом и реэкстракцией его водой.

3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4 и 6 моль/дм^3 раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора, раствор 10 г/дм^3 в растворе 6 моль/дм^3 серной кислоты (перекристаллизацию молибденовокислого аммония см. в п. 2.2).

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор 0,12 моль/дм^3 в концентрированной соляной кислоте; готовят следующим образом: 10 г йодистого калия растворяют в 500 см^3 концентрированной соляной кислоты. Раствор готовят в день применения.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор 1,5 г/дм^3.

Гидразин-молибдатный раствор; готовят следующим образом: к 50 см^3 раствора молибденовокислого аммония прибавляют 5 см^3 сернокислого гидразина и разбавляют водой до 100 см^3. Применяют свежеприготовленный раствор.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359, раствор 100 г/дм^3; готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см^3 воды и 5 см^3 концентрированной азотной кислоты, раствор фильтруют и разбавляют водой до 100 см^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1 г/дм^3.

Четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288.

Фенолфталеин, раствор 10 г/дм^3 в этиловом спирте.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Медь марки М00 по ГОСТ 859.

Стандартные растворы мышьяка (приготовление см. в п. 2.2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для всех бронз, кроме бронзы марок БрКМц 3—1 и БрС30*

Навеску бронзы массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 1 см^3 раствора железоаммонийных квасцов (если железо не является одним из компонентов бронзы), 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают стакан часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, обмывают часовое стекло и стенки стакана водой и разбавляют водой до объема 150 см^3. К полученному раствору добавляют раствор аммиака до образования темно-синего аммиачного комплекса меди и выдерживают раствор в течение 30 мин при 50—60 °С для коагуляции осадка гидроксида железа. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и

промывают 6—8 раз раствором аммиака, разбавленным 1:50. Осадок на фильтре растворяют в 20—25 $см^3$ горячей серной кислоты, разбавленной 1:4, в стакан, в котором проводилось осаждение, и промывают фильтр 5—7 раз горячей водой.

Раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты, обмывают стенки стакана водой, снова повторяют выпаривание до появления белого дыма серной кислоты, ополаскивают стенки стакана 5—10 $см^3$ воды, добавляют в стакан 0,2—0,3 г сернокислого гидразина и нагревают 5—10 мин. Растворы охлаждают.

При массовой доле мышьяка в бронзе до 0,025% для анализа используют весь раствор, при массовой доле мышьяка от 0,025% и выше раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, доливают до метки водой, перемешивают и для анализа отбирают аликвотную часть 5 $см^3$ (при массовой доле мышьяка от 0,025% до 0,1%), 2,5 $см^3$ (от 0,1% до 0,2%) и 1 $см^3$ (от 0,2% до 0,4%).

Весь раствор или аликвотную часть помещают в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, стенки стакана ополаскивают 5 $см^3$ воды. Если используют не весь раствор, а аликвотную часть, то добавляют 20 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:4. Прибавляют 60 $см^3$ раствора йодистого калия, 30 $см^3$ четыреххлористого углерода и экстрагируют мышьяк в течение 2 мин. Органический слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 100—150 $см^3$, а в первую добавляют 15 $см^3$ четыреххлористого углерода и повторяют экстракцию еще раз. Экстракты промывают в течение 2 мин с 20 $см^3$ раствора, который получают смешиванием трех частей раствора йодистого калия и одной части воды. Промытый органический слой сливают в третью делительную воронку вместимостью 100—150 $см^3$, приливают 15 $см^3$ воды и проводят реэкстракцию мышьяка встряхиванием в течение 2 мин. Органический слой сливают в четвертую делительную воронку вместимостью 100—150 $см^3$ и повторяют реэкстракцию в тех же условиях. Водные слои сливают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до розовой окраски, которую затем устраняют, добавляя по каплям раствор сернокислого гидразина. К полученному раствору добавляют 4 $см^3$ свежеприготовленного гидразин-молибдатного раствора и колбу с реакционной смесью помещают в кипящую водяную баню. Через 10—15 мин раствор охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (λ = 656—700 нм) в кювете длиной 5 см или на спектрофотометре в кювете длиной 1 см при длине волны 840 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.2. *Для бронзы марки БрКМц 3—1*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 $см^3$ фтористоводородной кислоты. После растворения приливают 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения белого дыма серной кислоты. После охлаждения растворяют соли в небольшом количестве воды и раствор переносят в стакан вместимостью 250 $см^3$. Добавляют 1 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов, разбавляют водой до 150 $см^3$ и продолжают анализ, как указано в п. 3.3.1, используя для анализа весь раствор.

3.3.3. *Для бронзы марки Бр С-30*

Навеску бронзы массой 0,5 г растворяют в 15 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании в стакане вместимостью 250 $см^3$. После растворения удаляют оксиды азота кипячением и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, обмывая стакан водой. Раствор в колбе разбавляют водой до метки и перемешивают, отбирают аликвотную часть раствора 10 $см^3$ (или 5 $см^3$, если массовая доля мышьяка свыше 0,1%) в стакан вместимостью 250 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ прокипяченной азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают воду до объема около 100 $см^3$ и выделяют основную массу меди и свинца электролизом в течение 30 мин. По окончании электролиза обмывают электроды из промывалки небольшим количеством воды в тот же стакан, приливают 1 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов и аммиака, продолжая анализ, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

В шесть стаканов вместимостью по 250 $см^3$ помещают по 0,2 г меди (при анализе бронзы марки БрКМц 3—1 по 1 г), добавляют по 1 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов и вводят последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0, 4,0 и 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б. В каждый стакан добавляют по 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

По найденным величинам оптических плотностей строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю мышьяка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

3.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в кислотах, выделении мышьяка соосаждением с гидроксидом 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 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:99.

Водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 10929.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор 80 г/дм^3, свежеприготовленный.

Железо, восстановленное водородом.

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

1 см^3 раствора содержит 0,003 г железа.

Мышьяка оксид.

Стандартный раствор мышьяка: 1,3200 г оксида мышьяка растворяют в 20 см^3 раствора гидроксида 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 растворимого аммиачного комплекса 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 горячей водой. Осадок растворяют в 10 см^3 горячего раствора соляной кислоты (1:1), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт.

В зависимости от массовой доли мышьяка отбирают аликвотную часть раствора и помещают в мерную колбу (см. табл. 3), доливают до метки раствором соляной кислоты (1:5).

Таблица 3

Массовая доля мышьяка, %	Объем аликвотной части раствора, $см^3$	Вместимость мерной колбы, $см^3$
От 0,005 до 0,05	Весь раствор	—
Св. 0,05 » 0,25	5	25
» 0,25 » 0,4	5	50

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

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 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) и 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 $см^3$ серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, добавляют 50 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ 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 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 $см^3$ 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_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(c_1 - c_2) \cdot K \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где c_1 — концентрация мышьяка в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, $г/см^3$;

c_2 — концентрация мышьяка в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, $г/см^3$;

K — коэффициент разбавления;

V — объем раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

4.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованных в установленном порядке, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическими методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.8—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1541—89

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 5841—74	2.2, 3.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 6563—75	3.2
ГОСТ 859—2001	2.2, 3.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2, 4
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4	ГОСТ 10929—76	2.2, 4
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2, 4	ГОСТ 14204—69	2.2
ГОСТ 3765—78	2.2, 3.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 4160—74	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 20288—74	3.2
ГОСТ 4232—74	3.2	ГОСТ 20490—75	3.2
ГОСТ 4328—77	2.2, 3.2, 4	ГОСТ 25086—87	1.1, 4
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4	ТУ 6—09—5359—87	3.2

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г., декабре 1990 г. (ИУС 6—83, 6—88, 3—91)

gost.e-ecolog.ru