



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

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ.****Методы определения мышьяка**Nickel, , nickel and copper-nickel alloys.
Methods for the determination of arsenic**ГОСТ
6689.13—92**

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 мышьяковолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернистым гидразином до мышьяковолибденовой сини. Метод включает отделение мышьяка от основных компонентов сплавов соосаждением с гидроксидом железа с последующей экстракцией в виде йодида мышьяка (III) четыреххлористым углеродом и рекстракцией 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.

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 10489.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:99.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 80 г/дм³ свежеприготовленный.

Железо, восстановленное водородом.

Железа хлорид, раствор: 0,75 г железа растворяют в 20 см³ соляной кислоты с добавлением раствора перекиси водорода, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,003 г железа.

Ангидрид мышьяковистый.

Стандартный раствор мышьяка: 1,3200 г мышьяковистого ангидрида растворяют в 20 см³ раствора гидроксида натрия, добавляют 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

1 см³ 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 см³ и растворяют при нагревании в 40 см³ смеси кислот. Раствор разбавляют водой до объема 200 см³, добавляют 10 см³ раствора хлорида железа, нагревают до 70 °С, осторожно нейтрализуют аммиаком до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди и добавляют еще 5 см³ 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 25 см³ 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 постулают, 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 допустимых 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. и печ 14.08.92 Усл. печ л. 1,0 Усл. кр. отт 1,0
Уч. изд. л 0,85 Тир. 668 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1323

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 ректифицированный 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 железоммонийных квасцов (при массовой доле железа в сплаве более 0,1 % железоммонийные квасцы не добавляют), нагревают до 60–70 °С и осаждают гидроксид 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, г	Мерная доля вместимостью, см ³	Аликвотная часть раствора, см ³
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 гидроксида 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 сернистого 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 сернистого 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 надсернического аммония (для окисления хрома), раствор нагревают до кипения и кипятят до полного разложения надсернического аммония (до полного прекращения выделения пузырьков кислорода). Раствор охлаждают до 60—70 °С, ополаскивают стенки стакана водой, добавляют 1 см³ раствора железоммонийных 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 железоммонийных 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 железоммонийных 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	0,006
> 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 сернистым 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/дм³.

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 сернистый 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 сернистого 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 надсернистый по ГОСТ 20478.

Ангидрид мышьяковистый.

Стандартные растворы мышьяка (приготовление по п. 2.2).

3.3. Проведение анализа

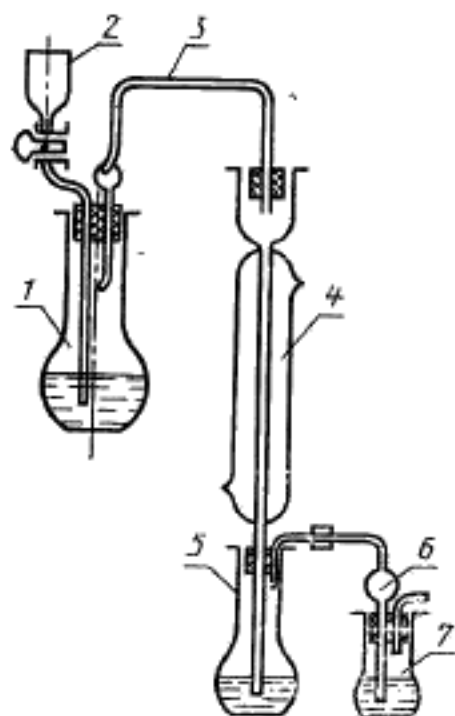
3.3.1. Навеску сплава (см. табл. 1) растворяют и выделяют мышьяк соосаждением с гидроокисью железа, как указано в п. 2.3.1. Остаток после двукратного уларивания до выделения белого дыма серной кислоты охлаждают и осторожно растворяют в 20 см³ воды.

В перегонную колбу 1 аппарата (чертеж) помещают 2 г сернистого 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 $\frac{3}{4}$ 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 см³, добавляют 5 см³ 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 см³ 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 см³, 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 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора В мышьяка. Во все стаканы добавляют по 5 см³ 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.