

**Изменение № 3 ГОСТ 15027.8—77 Бронзы безоловянные. Методы определения мышьяка**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.12.90 № 3137

Дата введения 01.07.91

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение **СТ СЭВ 1541—79** на **СТ СЭВ 1541—89**

Вводную часть после слов «(при массовой доле мышьяка от 0,001 до 0,4 %)» дополнить словами «и азотно-абсорбционный метод определения мышьяка (при массовой доле мышьяка от 0,005 до 0,4 %)»

Пункт 2.2 Восьмой абзац Заменить значение 1,5 г/дм<sup>3</sup> на 1 г/дм<sup>3</sup>, двенадцатый абзац изложить в новой редакции «Реакционная смесь, свежеприготовленная

50 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> раствора сернокислого гидразина и доливают водой до 500 см<sup>3</sup>»

Пункт 2.3.1 Шестой абзац Заменить слова «добавляют 4 см<sup>3</sup> гидразин-молибдатного раствора, разбавляют до 35—40 см<sup>3</sup> водой» на «добавляют 35 см<sup>3</sup> реакционной смеси»,

седьмой абзац Заменить слово «водой» на «реакционной смесью»

Пункт 2.4.2 Таблица 2 Графа «D, %» Заменить значения 0,002 на 0,001, 0,004 на 0,002, 0,01 на 0,006, 0,02 на 0,01, 0,02 на 0,01, 0,05 на 0,03

Стандарт дополнить разделом — 4

**«4. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка****4.1 Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в кислотах, выделении мышьяка осажждением 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—77 и разбавленная 1:1

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:5

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:99

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор 80 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный

Железо, восстановленное водородом

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

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,003 г железа

Мышьяка оксид

Стандартный раствор мышьяка 1,3200 г оксида мышьяка растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, добавляют 10 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доливают водой до метки

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г мышьяка

**4.3 Проведение анализа**

4.3.1 Для сплавов, содержащих кремний не более 0,05 %

(Продолжение см с 66)

Навеску сплава массой 5 г помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 40 см<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор разбавляют водой до объема 200 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора хлорида железа, нагревают до 70 °С, осторожно нейтрализуют аммиаком до образования растворимого аммиачного комплекса меди и добавляют еще 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> горячего раствора соляной кислоты (1:1), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>
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<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:1) и 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

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

$K$  — коэффициент разбавления;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

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

(Продолжение см. с. 67)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 15027.8—77)*

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*

*(Продолжение см. с. 68)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 15027.8—77)*

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—87».

(ИУС № 3 1991 г.)