



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

ГОСТ 6689.13—92

Издание официальное

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 мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернистым гидразином до мышьяковомолибденовой 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.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

## С. 2 ГОСТ 6689.13—92

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/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 сернистый по ГОСТ 5841 и раствор 1,5 г/дм<sup>3</sup>.

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

Смесь реакционная: к 50 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора сернистого гидразина и доливают водой до объема 100 см<sup>3</sup>; готовят в день применения.

Квасцы железоаммонийные по НТД, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>. 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, раствор фильтруют и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Фенолфталеин, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> в этиловом спирте.

Аммоний надсернистый 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 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, нейтрализуют по фенолфталеину соляной кислотой (1:3) и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0002 г мышьяка.

Раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 20–30 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора железоммонийных квасцов (при массовой доле железа в сплаве более 0,1 % железоммонийные 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 см<sup>3</sup> избытка аммиака.

Таблица 1

Массовая доля мышьяка, %	Масса сплава, г	Мерная часть в делительной воронке, см <sup>3</sup>	Аликвотная часть раствора, см <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup> воды, раствор помещают в делительную воронку вместимостью 250–300 см<sup>3</sup> и ополаскивают стенки стакана 5 см<sup>3</sup> воды.

При массовой доле мышьяка в сплаве свыше 0,005 % в стакан добавляют 35–40 см<sup>3</sup> воды, раствор помещают в мерную колбу (см. табл. 1) и разбавляют до метки водой. Аликвотную часть — 20 см<sup>3</sup> помещают в делительную воронку вместимостью 250—

—300 см<sup>3</sup>, добавляют 60 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия, 30 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и экстрагируют мышьяк в течение 2 мин. Органический слой помещают во вторую делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, а в первую добавляют 15 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и повторяют экстракцию еще раз. Экстракты объединяют, промывают в течение 2 мин 20 см<sup>3</sup> промывного раствора и помещают органический слой в третью делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, в нее добавляют 15 см<sup>3</sup> воды и проводят рекстракцию мышьяка в течение 2 мин.

Органический слой сливают в четвертую делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup> и повторяют рекстракцию в тех же условиях. Водные рекстракты помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски, которую разрушают, добавляя по каплям раствор сернистого гидразина. Добавляют 4 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), 1—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. После охлаждения стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 120—150 см<sup>3</sup>, нагревают до 60—70 °С и осаждают гидроксид железа, осторожно добавляя аммиак до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди и сверх этого еще 5—6 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), 1—2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании.

После охлаждения стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, раствор помещают в стакан вместимостью 300—400 см<sup>3</sup> и разбавляют водой до 200 см<sup>3</sup>, добавляют раствор азотнокислого серебра: 15 см<sup>3</sup> — при навеске сплава 2 г, 8 см<sup>3</sup> при навеске 1 г и 4 см<sup>3</sup> — при навеске 0,5 г. Вводят 5 г надсерникового аммония (для окисления хрома), раствор нагревают до кипения и кипятят до полного разложения надсерникового аммония (до полного прекращения выделения пузырьков кислорода). Раствор охлаждают до 60—70 °С, ополаскивают стенки стакана водой, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора железоммонийных квасцов и осаждают гидроокись железа, осторожно добавляя концентрированный аммиак до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди и сверх этого 5—6 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 60—80 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения и при нагревании растворяют. К раствору добавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и упаривают до 10—12 см<sup>3</sup>. Раствор разбавляют 30 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> избытка аммиака. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

#### 2.3.5. Построение градуировочного графика

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

Остаток растворяют в воде, раствор разбавляют водой до 120—150 см<sup>3</sup>, добавляют по 1 см<sup>3</sup> 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;

**С. 6 ГОСТ 6689.13—92**

*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, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
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/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

Калий бромистый кристаллический по ГОСТ 4160.

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

Смесь реакционная свежеприготовленная: 50 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>, прибавляют 50 см<sup>3</sup> раствора сернистого гидразина и доливают водой до 500 см<sup>3</sup>.

Квасцы железозаммонийные по НТД, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> (приготовление по п. 2.2).

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Фенолфталеин, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> 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 упаривания до выделения белого дыма серной кислоты охлаждают и осторожно растворяют в 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и 10—15 см<sup>3</sup> воды соответственно, добавляют в каждый приемник по 1—2 капли перекиси водорода и собирают аппарат в соответствии с чертежом.

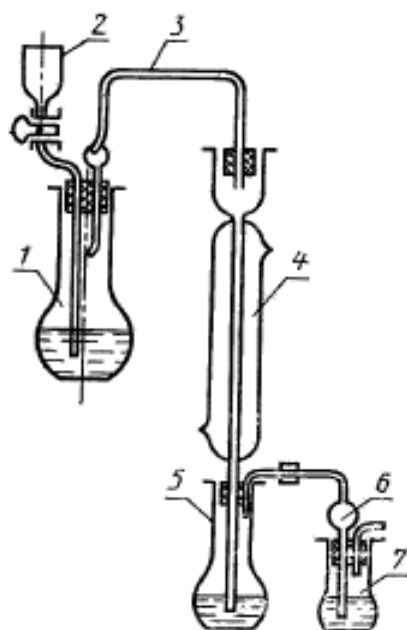
Анализируемый раствор через капельную воронку 2 помещают в перегонную колбу 1. Стакан ополаскивают концентрированной соляной кислотой и раствор переносят через воронку 2 в колбу 1. В колбу 1 через воронку 2 добавляют 50 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и отгоняют треххлористый мышьяк 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 см<sup>3</sup>, 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.



С. 8 ГОСТ 6689.13—92



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<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В мышьяка. Во все стаканы добавляют по 5 см<sup>3</sup> 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°C 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

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

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<sup>3</sup> свежеприготовленный.

Железо, восстановленное водородом.

Железа 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.

Ангидрид мышьяковистый.

Стандартный раствор мышьяка: 1,3200 г мышьяковистого ангидрида растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси 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 %

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 растворимых аммиачных комплексов никеля и 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 го-

рячей 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.

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 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 кипятят 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 ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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>;

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

$m$  — 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.

**С. 12 ГОСТ 6639.13—92**

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  
РАЗРАБОТЧИКИВ. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова,  
Л. В. Морейская, И. А. Воробьева2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Ко-  
митета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167

## 4. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.13—80

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУ-  
МЕНТЫ

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. 1523