УДК 669.715:001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения висмута

ГОСТ 11739.4—90

Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of bismuth

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле висмута от 0,005 до 0,8%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле висмута от 0,05 до 1,0%) методы определения висмута.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси серной и азотной кислот или в растворе гидроокиси натрия, образовании оранжево-желтого комплекса висмута с йодистым калием и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 465 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³ и раствор 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35 –1,40 г/см³ и раствор 1:1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

48г-95
18

gost.e-ecolog.ru

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 400 г/дм³. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 20 г/дм³.

Смесь кислот № 1: к 100 см³ воды осторожно, порциями при перемешивании приливают 200 см³ серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, приливают 200 см³ азотной кислоты и перемешивают.

Смесь кислот № 2: к 400 см³ раствора серной кислоты приливают 50 см³ азотной кислоты и перемешивают.

Смесь № 3: к 400 см³ раствора серной кислоты приливают 50 см³ азотной кислоты и перемешивают. Раствор перед употреблением нагревают приблизительно до 80 °С и приливают 2 см³ раствора азотистокислого натрия.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 10 г/дм³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, свежеприготовленный раствор 200 г/дм³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

Висмут по ГОСТ 10928 марки ВИ0000 или ВИ000.

Стандартный раствор висмута: 0,1 г висмута помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ раствора азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. После растворения пробы раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г висмута.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Адсорбент (мацерированная бумага): 100 г измельченных фильтров («красная лента») помещают в стакан вместимостью 500 см³, приливают 300 см³ горячей воды и перемешивают мешалкой до получения однородной массы.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 растворяют одним из следующих способов.

Таблица 1

Массовая доля висмута, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем раствора серной кислоты, см³	Кювета, мм
От 0,005 до 0,02 включ.	1	Весь раствор	—	50
Св. 0,02 » 0,08 »	0,5	То же	—	30
» 0,08 » 0,4 »	0,5	20	20	30
» 0,4 » 0,8 »	0,25	20	20	30

2.3.1.1. При массовой доле кремния менее 0,5% навеску пробы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 25 см³ смеси кислот № 1. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения навески, добавляют 30 см³ воды и кипятят раствор 1—2 мин. Если раствор не прозрачен, то его фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») с адсорбентом в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивая колбу и промывая фильтр 2—3 раза горячей водой порциями по 10 см³, чтобы объем фильтрата был не более 80 см³, и охлаждают раствор до комнатной температуры.

При массовой доле висмута менее 0,08% проводят фотометрирование раствора из всей навески в мерной колбе вместимостью 100 см³.

При массовой доле висмута более 0,08% раствор доливают водой до метки, перемешивают и продолжают по п. 2.3.2.

2.3.1.2. При массовой доле кремния более 0,5% навеску пробы помещают в стакан из фторопласта или стеклоуглерода вместимостью 200 см³, приливают 1 см³ раствора хлорного железа, если его массовая доля в пробе составляет менее 0,2%, затем приливают 5—7 см³ воды и при постоянном охлаждении небольшими порциями — 50 см³ раствора гидроксида натрия. После прекращения бурной реакции стакан нагревают до полного растворения пробы и при умеренном нагревании, избегая разбрызгивания, упаривают до 15—20 см³. Наличие в растворе характерной мути серого цвета свидетельствует о присутствии нерастворившегося кремния. В этом случае нагревание следует продолжить до получения прозрачного раствора. После охлаждения в стакан осторожно приливают 180 –200 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») с адсорбентом. Осадок на фильтре промывают 8—10 раз горячей водой и растворяют в 45 см³ горячей смеси кислот № 2 над стаканом или колбой вместимостью 250—300 см³. Если проба содержит более 0,5% марганца, то осадок растворяют в 45 см³ горячей смеси № 3. Фильтр промывают 6 раз горячей водой порциями по 20 см³, собирая промывные воды в тот же стакан.

Фильтрат и промывные воды упаривают до объема 70—80 см³, охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

При массовой доле висмута менее 0,08% проводят фотометрирование раствора для всей навески в мерной колбе вместимостью 100 см³.

При массовой доле висмута более 0,08% раствор доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. К раствору пробы или аликвотной части раствора (см. табл. 1) в мерной колбе вместимостью 100 см³ приливают раствор серной кислоты (см. табл. 1), 5 см³ раствора тиомочевины, 10 см³

раствора йодистого калия, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 20 мин при длине волны 465 нм в кювете с толщиной слоя согласно табл. 1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по пп. 2.3.1.1 или 2.3.1.2 и 2.3.2 со всеми используемыми в анализе реактивами.

Массовую долю висмута рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.4. *Построение градуировочных графиков*

2.3.4.1. При массовой доле кремния менее 0,5% в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора висмута, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г висмута, приливают по 30 см³ раствора серной кислоты и далее продолжают по пп. 2.3.2, 2.3.3.

2.3.4.2. При массовой доле кремния более 0,5% в семь стаканов из фторопласта или стеклоуглерода вместимостью по 200 см³ помещают навески алюминия массой по 0,5 г, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора висмута, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г висмута и далее продолжают по п. 2.3.1.2, фотометрируя раствор по пп. 2.3.2 и 2.3.3 в мерной колбе вместимостью 100 см³ из всей навески.

Растворами сравнения служат растворы, не содержащие висмут.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m — масса висмута в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы или масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля висмута, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,005 до 0,015 включ.	0,002	0,003
Св. 0,015 » 0,040 »	0,004	0,006
» 0,040 » 0,080 »	0,008	0,010
» 0,08 » 0,20 »	0,01	0,02
» 0,20 » 0,40 »	0,02	0,04
» 0,40 » 0,80 »	0,04	0,06

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции висмута при длине волны 223,1 нм в пламени ацетилен-воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для висмута.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см^3, растворы 1:1 и 1:99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см^3 и раствор 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм^3.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999 (с массовой долей висмута менее 0,001 %).

Раствор алюминия 20 г/дм^3 : 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см^3, добавляют 50 см^3 воды, затем небольшими порциями 300 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см^3 раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Висмут по ГОСТ 10928 марки ВИ0000 или ВИ000.

Стандартные растворы висмута.

Раствор А: 0,5 г висмута помещают в стакан вместимостью 300 см^3, приливают 100 см^3 раствора азотной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г висмута.

Раствор Б: 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0005 г висмута.

Раствор В: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора В содержит 0,0001 г висмута.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают приблизительно 10 см³ воды и затем небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Колбу накрывают часовым стеклом, нагревают до полного растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3 мин.

Часовое стекло и стенки колбы ополаскивают водой. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. При массовой доле кремния менее 1% раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.3.3. При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п. 3.3.1 раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 10 см³ (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3 мин. После охлаждения к содержимому тигля добавляют четыре капли серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Далее раствор выпаривают досуха, после охлаждения остаток смачивают 2—3 см³ воды и растворяют в 2—3 см³ раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании.

Раствор присоединяют к основному фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 3.3.1, 3.3.2 или 3.3.3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3.3.5. *Построение градуировочных графиков*

3.3.5.1. При массовой доле висмута от 0,05 до 0,10% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5;

5,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,00025; 0,0003; 0,00035; 0,0004; 0,00045; 0,0005 г висмута.

3.3.5.2. При массовой доле висмута от 0,1 до 0,5% в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в пять из них отмеряют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г висмута.

3.3.5.3. При массовой доле висмута от 0,5 до 1% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0025; 0,003; 0,0035; 0,004; 0,0045; 0,005 г висмута.

3.3.6. Растворы в колбах по пп. 3.3.5.1, 3.3.5.2 и 3.3.5.3 доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.7. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию висмута при длине волны 223,1 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям висмута строят градуировочный график.

Массовую концентрацию висмута в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где C_1 — массовая концентрация висмута в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

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

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля висмута, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,050 до 0,100 включ.	0,010	0,015
Св. 0,100 » 0,250 »	0,015	0,020
» 0,25 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,06

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ:

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова**; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук; **Л. В. Антоненко**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1961

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 11739.4—78**

4. **Периодичность проверки— 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	3.2	ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 4038—79	3.2	ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 10928—75	2.2, 3.2
ГОСТ 4232—74	2.2	ГОСТ 10929—76	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2	ГОСТ 11069—74	3.2
ГОСТ 5457—75	3.2	ГОСТ 25086—87	1.1

gost.e-ecolog.ru