

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ВИСМУТ (III) АЗОТНОКИСЛЫЙ 5-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4110—75

Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Г. В. Грязнов, В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг, Е. Н. Яковлева, Л. В. Кидиярова, И. В. Жарова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 07.08.75 № 2093**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4110—62**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	6.1	ГОСТ 9147—80	3.4
ГОСТ 83—79	3.4, 3.6.1	ГОСТ 10216—75	3.6.1
ГОСТ 84—76	3.6.1	ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 1770—74	3.3.1	ГОСТ 10671.5—74	3.4
ГОСТ 3118—77	3.4	ГОСТ 10671.7—74	3.5
ГОСТ 3773—72	3.6.1	ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 19627—74	3.6.1
ГОСТ 4160—74	3.6.1	ГОСТ 19908—90	3.4, 3.6.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1	ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.4
ГОСТ 4461—77	3.3.1	ГОСТ 25664—83	3.6.1
ГОСТ 4517—87	3.3.1	ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 6563—75	3.6.1	ГОСТ 27068—86	3.6.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.6.1	ГОСТ 29227—91	3.6.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1980 г., сентябре 1990 г. (ИУС 6—80, 12—90)**

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *А. Г. Хоменко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.06.98. Подписано в печать 16.07.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,69.
Тираж 157 экз. С/Д 5949. Зак. 628.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

УДК 546.873'175-41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ВИСМУТ (III) АЗОТНОКИСЛЫЙ 5-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4110—75

Reagents. Bismuth (III) nitrate pentahydrate. Specifications

ОКП 26 2424 0010 02

Дата введения 01.07.76

Настоящий стандарт распространяется на 5-водный азотнокислый висмут (III), который представляет собой прозрачные бесцветные кристаллы в массе белого цвета; растворим в кислотах, водой разлагается с образованием основной соли, светочувствителен; при температуре выше 26 °С выветривается, теряя воду и азотную кислоту.

Формула $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 485,07.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. 5-водный азотнокислый висмут (III) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По физико-химическим показателям 5-водный азотнокислый висмут (III) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2424 0012 00	Чистый (ч.) ОКП 26 2424 0011 01
1. Массовая доля 5-водного азотнокислого висмута (III) ($Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$), %, не менее	99,5	98,0
2. Массовая доля не растворимых в азотной кислоте веществ, %, не более	0,002	0,005
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,03
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005	0,0015
7. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,005	0,020
8. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,0005	0,0010
9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,0005	0,0010
10. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,0005	0,0015

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1975

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Переиздание с Изменениями

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю хлоридов, кальция, магния и натрия изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г-М.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 250 г.

3.2. Определение массовой доли 5-водного азотнокислого висмута (III)

Определение проводят по ГОСТ 10398. При этом около 0,5500 г препарата помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят по ГОСТ 10398.

Массовую долю 5-водного азотнокислого висмута (III) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}00485 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г;

0,00485 — масса 5-водного азотнокислого висмута (III), соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,01 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в азотной кислоте веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336;

стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—100 или мензурка 100 по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 75 см³ раствора азотной кислоты. Раствор нагревают в течение 20 мин на водяной бане и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Остаток на фильтре промывают 100 см³ раствора азотной кислоты, затем 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±45 % для препарата «чистый для анализа» и ±30 % для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.1—3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

При этом 3,00 г препарата помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 250 см³ с меткой на 150 см³, прибавляют 5 см³ горячей соляной кислоты (ГОСТ 3118), доводят объем раствора водой до 100 см³, нейтрализуют при перемешивании по лакмусовой бумаге, затем объем раствора доводят водой до метки и фильтруют.

50 см³ полученного фильтрата (соответствуют 1 г препарата) для препарата «чистый для анализа» или 15 см³ фильтрата (соответствуют 0,3 г препарата) для препарата «чистый» помещают в фарфоровую (ГОСТ 9147) или кварцевую (ГОСТ 19908) чашку, прибавляют 0,5 г углекислого натрия (ГОСТ 83), выпаривают раствор досуха, затем осторожно прокаливают в муфельной печи при 500—600 °С до прекращения выделения паров. К остатку прибавляют 15 см³ горячей воды, нейтрализуют по *п*-нитрофенолу раствором соляной кислоты с массовой долей 10 %, фильтруют, доводят объем раствора водой до 25 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,

для препарата чистый — 0,09 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и перемешивают до растворения препарата. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Объем раствора доводят водой до 25 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7 в объеме 26 см³.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Cl,

для препарата чистый — 0,050 мг Cl, 2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 1 см³ раствора азотно-кислого серебра.

При необходимости вводят поправку на содержание хлоридов в применяемом для растворения объеме азотной кислоты.

3.6. Определение массовой доли железа, кальция, магния, свинца, натрия

3.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

спектрограф типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

генератор дуги переменного тока типа ДГ-1 или ДГ-2;

микрофотометр типа МФ-2 или МФ-4;

спектропроектор типа ПС-18;

лампа инфракрасная;

угли графитированные для спектрального анализа ос.ч. 7—3 (электроды угольные); верхний электрод диаметром 6 мм заточен на конус, нижний электрод диаметром 6 мм с цилиндрическим каналом диаметром 3,2 мм и глубиной 7 мм;

конденсор кварцевый (фокусное расстояние 160 мм);

фотопластинки «панхром» или «изохром», светочувствительностью 32—45 ед.;
пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5 по ГОСТ 29227;
чаша кварцевая 100 по ГОСТ 19908 или чашка платиновая № 118—4 по ГОСТ 6563;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627;
калий бромистый по ГОСТ 4160;
метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664;
натрий сульфит 7-водный;
натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068;
натрий углекислый по ГОСТ 83 или
натрий уклекислый 10-водный по ГОСТ 84;
висмута (III) окись по ГОСТ 10216, проверенная на отсутствие определяемых элементов в условиях данной методики; при наличии примесей их определяют методом добавок и учитывают при построении градуировочного графика;

растворы, содержащие определяемые элементы; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации 0,1 мг/см^3 Fe, Ca, Mg, Cu и Na;

проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор Б—16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;

фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

3.6.2. *Подготовка анализируемой пробы*

5,00 г препарата помещают в платиновую чашку, нагревают на плитке до удаления оксидов азота, затем прокаливают при 450—500 °С до перехода в окись, охлаждают и растирают агатовым пестиком до получения однородной массы.

3.6.3. *Приготовление образцов сравнения, содержащих примесь определяемых элементов*

Для приготовления каждого образца сравнения 9,50 г окиси висмута (III), не содержащей определяемых элементов, помещают в платиновую чашку или кварцевую чашу. Затем прибавляют указанные в табл. 2 массы определяемых элементов (в виде растворов массовой концентрации 0,1 и 1 мг/см^3) и высушивают под инфракрасной лампой. Полученный порошок прокаливают в муфельной печи при 450—500 °С в течение 3 мин, охлаждают и растирают агатовым пестиком в течение 3 ч. Для проверки гомогенности образцов сравнения проводят по 20 определений для каждого образца сравнения в условиях данной методики.

Таблица 2

Номер образца сравнения	Масса примеси в образцах сравнения, мг						Массовая доля примеси в образцах сравнения, %					
	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb
1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	1,0	0,001	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,005
2	0,4	0,2	0,2	0,3	0,3	4,0	0,002	0,0010	0,0010	0,0015	0,0015	0,020
3	0,6	0,4	0,4	0,5	0,5	5,0	0,003	0,0020	0,0020	0,0025	0,0025	0,025

3.6.4. *Рекомендуемые условия съемки спектрограммы*

Напряжение, В . . . . . 220—200
Сила тока, А . . . . . 5 ± 0,5
Ширина щели, мм 0,01
Дуговой промежуток, мм 2
Экспозиция, с . . . . . 40.

Перед съемкой угольные электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока в течение 15—20 с при силе тока 10 А и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах определяемых элементов.

3.6.5. *Проведение анализа*

После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода вносят 0,15 г анализируемой пробы, зажигают дугу и снимают спектрограмму. Также поступают с образцами сравнения, содержащими примесь определяемых элементов. Спектры анализируемого препарата и образцов сравнения снимают на одной фотопластинке 2—3 раза.

3.6.6. *Обработка спектрограммы и результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий, измеряя почернение линий каждой примеси и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой (нм);

Fe — 302,06; Cu — 324,75;
Pb — 283,31; Mg — 279,55;
Ca — 422,67; Na — 330,23; 588,99 и 589,59.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS:

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии примеси + фона;
$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого элемента. По значениям $\Delta S'$ образцов сравнения каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс логарифмы концентраций, по оси ординат — среднее арифметическое значение разности почернений ($\Delta S'$).

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.5—3.6.6. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4, 2-9, 6-1 (обернутые светонепроницаемой бумагой), 11-2, 11-6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII (до 50 кг).

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112) и серийный номер ООН 1477.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских неотапливаемых помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 5-водного азотнокислого висмута (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 5-водный азотнокислый висмут (III) по степени воздействия на организм относится к высокоопасным веществам (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005). Вызывает изменение в центральной нервной системе, печени, крови, раздражает кожу.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны — 0,5 мг/м^3.

6.2. При работе с препаратом необходимо применять средства индивидуальной защиты.

6.3. Помещения, в которых проводится работа с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата проводят в вытяжном шкафу. В местах наибольшего пыления необходимо предусмотреть местные отсосы.

Раздел 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru