УДК 669.25 : 546.87.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Метод определения висмута

COBALT
Method for the determination of bismuth

ГОСТ 741.17—80

Взамен
ГОСТ 741.17—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения висмута от 0,00008 до 0,001%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА (от 0,00008 до 0,001%)

2.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в фотометрическом определении висмута с ксиленоловым оранжевым после предварительного экстракционного извлечения йодидного комплекса висмута изоамилацетатом из азотнокислой среды.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, разбавленная 3 : 2, 1 : 1, 1 н. раствор; 0,03 н. раствор для реэкстракции с pH 1,45±0,05.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 2%-ный свежеприготовленный раствор.

Аскорбиновая кислота по ГОСТ 4815—76, 5%-ный свежеприготовленный раствор.

gost.e-ecolog.ru

Ксиленоловый оранжевый, 0,1%-ный раствор.

Изоамиловый эфир уксусной кислоты (изоамилацетат) перегнанный.

Висмут по ГОСТ 10928—75.

Стандартные растворы висмута.

Раствор А: 0,1 г висмута растворяют в 30 мл азотной кислоты, разбавленной 3:2, в стакане вместимостью 100 мл под часовым стеклом. Раствор выпаривают до 10 мл, приливают 20 мл воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки 1 н. раствором азотной кислоты и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,1 мг висмута.

Раствор Б: 10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают до метки 1 н. раствором азотной кислоты и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,004 мг висмута.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кобальта массой 5 г при массовой доле висмута до 0,0002% или массой 3 г при массовой доле висмута от 0,0002 до 0,001% растворяют в 50—30 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляя кислоту небольшими порциями. После окончания бурной реакции растворы выпаривают на теплой плите до 5—10 мл, охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 мл. Затем в воронку доливают воду до общего объема 40 мл, добавляют 1 мл раствора аскорбиновой кислоты, 1 мл раствора йодистого калия, перемешивают, приливают 10 мл изоамилацетата и встряхивают воронку 1 мин. После расслоения фаз водный слой переносят в другую делительную воронку вместимостью 100—150 мл, а органический слой сохраняют. К водному слою приливают 5 мл изоамилацетата и повторяют экстракцию в течение 1 мин. Водный слой отбрасывают, а органические фазы объединяют.

К объединенному экстракту приливают 20 мл 1 н. раствора азотной кислоты, 0,5 мл раствора аскорбиновой кислоты, 0,5 мл раствора йодистого калия и осторожно встряхивают воронку 5—6 раз. Водную фазу отбрасывают, а органическую вновь промывают 20 мл 1 н. раствора азотной кислоты, 0,5 мл раствора аскорбиновой кислоты, 0,5 мл раствора йодистого калия и осторожно встряхивают воронку еще 5—6 раз. После расслоения фаз водный слой отбрасывают, а к органическому слою для реэкстракции приливают 15 мл 0,03 н. раствора азотной кислоты с pH 1,45±0,05 и 0,2 мл раствора ксиленолового оранжевого. Воронку с растворами встряхивают 1 мин.

После полного расслоения фаз водный слой переносят в мерную колбу вместимостью 25 мл, фильтруя его через воронку с

ватным тампоном, предварительно промытым 0,03 н. раствором азотной кислоты. Органический слой отбрасывают. Ватный тампон промывают 0,03 н. раствором азотной кислоты. Этим же раствором колбу доливают до метки, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 540 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют воду. Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта, который проводят через все стадии анализа параллельно с пробой. Содержание висмута в навеске находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100—150 мл отбирают последовательно 0, 1, 2, 3, 5, 7 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,004; 0,008; 0,012; 0,020; 0,028 мг висмута, доливают до 40 мл 1 н. раствором азотной кислоты, приливают 1 мл раствора аскорбиновой кислоты, 1 мл раствора йодистого калия, перемешивают с 10 мл изоамилацетата. Далее поступают, как указано в п. 3.1.

Из значения оптической плотности стандартного раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта и по найденным значениям строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса висмута, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля висмута, %	Допускаемые расхождения, отн., %
От 0,0008 до 0,0002	20
Св. 0,0002 „ 0,001	10

Изменение № 1 ГОСТ 741.17—80 Кобальт. Метод определения висмута

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 55 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 2.2. Заменить значение и слова: 0,03 н. на 0,03 М; «2 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор 20 $г/дм^3$»; «5 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор 50 $г/дм^3$»; «0,1 %-ный раствор» на «раствор 1 $г/дм^3$»;

дополнить абзацем: «Растворы хранят не более 30 дней».

Пункт 3.1. Заменить значения: 1 н. на 1 М; 0,03 н. на 0,03 М

Пункт 3.2. Второй абзац. Заменить слова: «контрольного опыта» на «раствора, не содержащего висмут».

(Продолжение см. с. 88)

Пункт 4 2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля висмута, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,00008 до 0,0002 включ.	0,00006
Св. 0,0002 » 0,0004 »	0,00007
» 0,0004 » 0,0006 »	0,0001
» 0,0006 » 0,0012 »	0,0002

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.17—80 Кобальт. Метод определения висмута

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения висмута при массовой доле его в кобальте от 0,00008 до 0,001 %».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения висмута с ксиленоловым оранжевым при длине волны 540 нм после предварительного выделения йодидного комплекса висмута экстракцией с изоамилацетатом».

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрометр или фотоэлектроколориметр любого типа»;

третий абзац Заменить слово: «разбавленная» на «растворы»;

десятый абзац. Заменить слова: «30 см³ азотной кислоты, разбавленной 3 : 2» на «30 см³ раствора азотной кислоты 3 : 2»;

заменить значения и ссылку: 0,1 мг на $1 \cdot 10^{-4}$ г; 0,004 мг на $4 \cdot 10^{-6}$ г; ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84;

исключить ссылку: ГОСТ 4815—76.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить значения и слова: 5г на 5,0000 г; 3 г на 3,0000 г; «азотной кислоты, разбавленной 1 : 1» на «раствора азотной кислоты 1 : 1»; 100—150 см³ на 100 см (2 раза);

второй абзац. Исключить слово: «осторожно» (2 раза);

третий абзац после слов «азотной кислоты» изложить в новой редакции: «Затем доливают объем до метки 0,03 М раствором азотной кислоты. Через 20 мин измеряют светопоглощение комплекса при длине волны 540 нм»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «В качестве раствора сравнения используют воду.

Массу висмута в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу висмута в растворе контрольного опыта».

Пункты 3.2, 4.2 изложить в новой редакции: «3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100 см³ отбирают 0; 1,00; 2,00; 3,00; 5,00; 7,00 см³ стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,004. 0,008. 0,012; 0,020; 0,028) $\cdot 10^{-3}$ г висмута, доливают до объема 40 см³ 1 М раствор азотной кислоты, приливают 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 1 см³ раствора йодистого калия и далее в соответствии с разд. 3.

(Продолжение см. с. 58)

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего висмута.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода *(d)*, и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода *(D)*, не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля висмута, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	*D*
От 0,00008 до 0,00020 включ.	0,00006	0,00007
Св. 0,00020 » 0,00040 »	0,00007	0,00008
» 0,00040 » 0,00060 »	0,00008	0,00008
» 0,0006 » 0,0010 »	0,0002	0,0002

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru