МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения висмута

Издание официальное

БЗ 3—99/32

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт», АО «Институт Гипроникель»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 30 мая 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 17 сентября 2002 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.14—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.11—81, ГОСТ 741.17—80

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения висмута

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of bismuth

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционные методы определения висмута при массовой доле от 0,0001 % до 0,010 % в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Спектрофотометрический метод (для массовых долей висмута от 0,0002 % до 0,001 %)

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 540 нм раствора комплексного соединения висмута с ксиленоловым оранжевым после предварительной экстракции висмута в виде йодидного комплексного соединения изоамилацетатом.

4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн 500—560 нм.

pH-метр (иономер), обеспечивающий проведение измерений в диапазоне pH 1,4—1,5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, растворы молярной концентрации 1 моль/дм^3 и 0,03 моль/дм^3.

Раствор для реэкстракции: к раствору азотной кислоты молярной концентрации 0,03 моль/дм^3 добавляют по каплям раствор азотной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3 до достижения pH в пределах от 1,4 до 1,5 по pH-метру.

Издание официальное

Кислота аскорбиновая фармакопейная по [1], раствор массовой концентрации 0,05 г/см^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой концентрации 0,02 г/см^3.

Висмут по ГОСТ 10928.

Ксиленоловый оранжевый, раствор массовой концентрации 0,001 г/см^3.

Изоамиловый эфир уксусной кислоты (изоамилацетат) по [2].

Растворы висмута известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации висмута 0,001 г/см^3: в стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску висмута массой 0,5 г, приливают 30—40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации висмута 0,0001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор В массовой концентрации висмута 0,000005 г/дм^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 5 см^3 раствора Б и доливают до метки раствором азотной кислоты 1 моль/дм^3.

4.3 Подготовка к анализу

Для градуировочного графика в делительные воронки вместимостью 100 см^3 отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 см^3 раствора В, доливают до 40 см^3 раствором азотной кислоты 1 моль/дм^3, приливают 1,0 см^3 раствора йодистого калия и далее поступают, как указано в 4.4.

Масса висмута в растворах для градуировочного графика составляет 0,0000025; 0,0000050; 0,0000100; 0,0000200; 0,0000300 г.

По значениям светопоглощения растворов и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения раствора, подготовленного без введения раствора висмута.

4.4 Проведение анализа

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 3,000 г, приливают 30—40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 5—10 см^3, добавляют 15 см^3 воды и переводят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см^3. Приливают воду до 40 см^3, добавляют 1,0 см^3 раствора йодистого калия, 10 см^3 изоамилацетата и встряхивают воронку 1 мин. Водную нижнюю фазу переносят в другую делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 изоамилацетата и повторяют экстракцию 1 мин. Водную фазу отбрасывают, а органические фазы объединяют.

К объединенному раствору приливают 20 см^3 азотной кислоты 1 моль/см^3, 0,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 0,5 см^3 раствора йодистого калия и, осторожно поворачивая воронку 5—6 раз, промывают органическую фазу. Водную фазу отбрасывают, промывку органической фазы повторяют. К промытой органической фазе приливают 15 см^3 раствора для реэкстракции, 0,2 см^3 ксиленолового оранжевого и встряхивают воронку 1 мин. Водную фазу переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, фильтруя ее через воронку с ватным тампоном, предварительно промытым раствором для реэкстракции. После фильтрования тампон промывают раствором для реэкстракции и доливают в колбу до метки этот же раствор.

Измеряют светопоглощение раствора через 20 мин на спектрофотометре при длине волны 540 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 500—560 нм, используя в качестве раствора сравнения воду и кювету толщиной поглощающего слоя 5 см.

Массу висмута в растворе пробы находят по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю висмута в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(M_x - M_к)}{M} 100, \qquad (1)$$

где M_x — масса висмута в растворе пробы, г;

$M_к$ — масса висмута в растворе контрольного опыта, г;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля висмута	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,00020	0,00006	0,00007	0,00012	0,00008
0,00030	0,00008	0,00010	0,00015	0,00010
0,00050	0,00010	0,00012	0,00020	0,00015
0,00100	0,00020	0,00024	0,00040	0,00030

5 Атомно-абсорбционный метод с электротермической атомизацией (для массовых долей висмута от 0,0001 % до 0,001 %)

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 223,1 нм резонансного излучения атомами висмута, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений с электротермической атомизацией, коррекцию неселективного поглощения и автоматизированную подачу раствора в атомизатор.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии висмута.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [3] или другие средней плотности.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:9.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей висмута не более 0,0001 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной долей висмута не более 0,0001 %.

Висмут по ГОСТ 10928.

Растворы висмута известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации висмута 0,001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

Раствор Б массовой концентрации висмута 0,0001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

Раствор В массовой концентрации висмута 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор Г массовой концентрации висмута 0,000001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора В, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

5.3 Подготовка к анализу

Для градуировочного графика в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 0,500 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей висмута. Число навесок соответствует числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтры промывают 2—3 раза горячей водой. Растворы выпаривают до объема 10—15 см^3, приливают 40—50 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3.

В колбы отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора Г, в колбу с раствором контрольного опыта раствор висмута не вводят, доливают до метки водой и далее измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса висмута в растворах для построения градуировочного графика составляет 0,0000005; 0,0000010; 0,0000020; 0,0000030; 0,0000040; 0,0000050 г.

5.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 0,500 г, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 5—7 см^3, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают и доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 223,1 нм, ширине щели не более 0,5 нм с коррекцией неселективного поглощения в токе аргона не менее двух раз, последовательно вводя их в атомизатор. В зависимости от типа спектрофотометра подбирают оптимальный объем раствора, вводимый в атомизатор, от 0,010 до 0,050 см^3 или оптимальное время аэрозольного распыления от 5 до 20 с. Промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный, как указано в 5.3.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрофотометра по растворам для градуировки.

Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 2.

Таблица 2 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	120—150	2—20
Озоление	700—900	10—20
Атомизация	2000—2400	4—5

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график.

Массу висмута в растворе пробы находят по градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю висмута в пробе, X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_x}{M} 100, \qquad (2)$$

где M_x — масса висмута в растворе пробы, г;

M — масса навески пробы, г.

5.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля висмута	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,00010	0,00003	0,00004	0,00006	0,00004
0,00020	0,00004	0,00005	0,00008	0,00008
0,00030	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00040	0,00006	0,00007	0,00012	0,00008
0,00050	0,00007	0,00009	0,00014	0,00010
0,00060	0,00008	0,00010	0,00017	0,00012
0,00100	0,00015	0,00020	0,00030	0,00020

6 Атомно-абсорбционный метод с пламенной атомизацией (для массовых долей висмута от 0,002 % до 0,010 %)

6.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 223,1 нм резонансного излучения атомами висмута, образующимися в результате атомизации при введении раствора пробы в пламя ацетилен-воздух.

6.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений в пламени ацетилен-воздух.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии висмута.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [3] или другие средней плотности.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:9.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей висмута не более 0,002 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной массовой долей висмута не более 0,002 %.

Висмут по ГОСТ 10928.

Растворы висмута известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации висмута 0,001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

Раствор Б массовой концентрации висмута 0,0001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

6.3 Подготовка к анализу

Для градуировочного графика в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 3,000 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей висмута. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 25—30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтры промывают 2—3 раза горячей водой. Растворы выпаривают до объема 10—15 см^3, приливают 40—50 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3.

В колбы отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см^3 раствора Б, в колбу с раствором контрольного опыта раствор висмута не вводят, доливают до метки водой и далее измеряют абсорбцию, как указано в 6.4. Масса висмута в растворах для градуировки составляет 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040 г.

6.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 3,000 г, приливают 25—30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, выпаривают до объема 10—15 см^3, приливают 40—50 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 223,1 нм, ширине щели не более 0,3 нм не менее двух раз, последовательно вводя их в пламя, промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор контрольного опыта, подготовленный, как указано в 6.3.

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график.

Массу висмута в растворе пробы находят по градуировочному графику.

6.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю висмута в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_x}{M} 100, \qquad (3)$$

где M_x — масса висмута в растворе пробы, г;

M — масса навески пробы, г.

6.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1. Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля висмута	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,0020	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003
0,0030	0,0004	0,0005	0,0007	0,0005
0,0050	0,0006	0,0007	0,0012	0,0008
0,0100	0,0010	0,0012	0,0020	0,0015

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ФС 42-2662—89 (Регистр лекарственных средств в России, М., 1993, Инфармхим) Аскорбиновая кислота фармакопейная

[2] ТУ 6-09-06-1229—85 Изоамиловый эфир уксусной кислоты (изоамилацетат), х. ч.

[3] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, кобальт, висмут, химический анализ, массовая доля, средства измерений, реактив, проба, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 01.11.2002. Подписано в печать 22.11.2002. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,80. Тираж 256 экз. С 8621. Зак. 1042.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru