УДК 622.34—15.001.4:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ ВИСМУТОВЫЙ

Методы определения висмута

Bismuth concentrate.
Methods for determination of bismuth

ГОСТ
28407.1—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на висмутовые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический и комплексонометрический методы определения массовой доли висмута от 0,1 до 6%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28407.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ВИСМУТА ОТ 0,1 до 1%)

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения висмута с тиомочевиной в азотнокислой среде при pH 0,4—1,2 и измерении его оптической плотности в области длин волн 400—450 нм.

2.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 1.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее СССР № 20, статья 6, раствор с массовой долей 5%, свежеприготовленный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор с массовой долей 10%, свежеприготовленный.

Медь (II) азотнокислая по ТУ 6—09—3757, раствор с массовой долей 2%.

gost.e-ecolog.ru

Висмут марки Ви00 по ГОСТ 10928.

Стандартный раствор висмута: 0,1000 г висмута растворяют при нагревании в 50 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,1 мг висмута.

2.2. **Проведение анализа**

2.2.1. Навеску висмутового концентрата массой 0,5000 г помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты и нагревают в течение 10 мин. Приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Выпаривание с 5 см³ азотной кислоты повторяют дважды. К влажному остатку приливают 5 см³ азотной кислоты, 20 см³ воды, кипятят до растворения солей. Охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Фильтруют через сухой двойной неплотный фильтр в сухую колбу; первые порции фильтрата отбрасывают.

Аликвотную часть раствора 25 см³ (при массовой доле висмута до 0,4%) или 10 см³ (при массовой доле висмута свыше 0,4%) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 2 или 3 см³ разбавленной 1 : 1, прокипяченной и охлажденной азотной кислоты соответственно. Если анализируемая проба содержит менее 0,5% меди, приливают 1,5 см³ раствора азотнокислой меди. Прибавляют около 50 см³ воды, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 10 см³ раствора тиомочевины, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре в области длин волн 400—450 нм в кюветах с толщиной поглощающего света слоя 50 мм. Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит вода. Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с реактивами для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

Массу висмута в растворе находят по градуировочному графику.

2.2.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора висмута, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 мг висмута. Прибавляют около 50 см³ воды, 3 см³ разбавленной 1 : 1, прокипяченной и охлажденной азотной кислоты, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 10 см³ раствора тиомочевины, разбавляют водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов, как описано в п. 2.2. По полученным значениям оптических плотностей раство-

ров и соответствующим им содержаниям висмута строят градуировочный график.

2.3. **Обработка результатов**

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса висмута в растворе, найденная по градуировочному графику, мг;

V — вместимость мерной колбы для разбавления раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

2.3.2. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля висмута, %	Допускаемое расхождение %	
	результатов параллельных определений	результатов анализов
От 0,10 до 0,20 включ.	0,02	0,03
Св. 0,20 » 0,30 »	0,03	0,04
» 0,30 » 0,40 »	0,04	0,05
» 0,40 » 0,60 »	0,05	0,06
» 0,60 » 0,80 »	0,06	0,08
» 0,80 » 1,00 »	0,08	0,10

2.3.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0.

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ВИСМУТА СВЫШЕ 1%)

Метод основан на титровании висмута раствором трилона Б при pH 1,5 в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого. Мешающее влияние трехвалентного железа устраняется восстановлением его аскорбиновой кислотой.

3.1. **Реактивы и растворы**

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20%.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее СССР № 20, статья 6.

Висмут марки Ви00 по ГОСТ 10928.

Стандартный раствор висмута: навеску висмута массой 1,0000 г растворяют в 20 см³ азотной кислоты; раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают; 1 см³ раствора содержит 1 мг висмута.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор по ТУ 6—09—1509, раствор с массовой долей 0,5%.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,01 моль/дм³ (0,01 М); 3,7 г соли растворяют в воде, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают. Титр раствора по висмуту устанавливают следующим образом: 10,0—20,0 см³ стандартного раствора висмута помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до 100 см³ водой, прибавляют 1—2 капли раствора индикатора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода малиновой окраски раствора в соломенно-желтую.

Титр раствора трилона Б по висмуту (T) в г/см³ вычисляют по формуле

$$T=\frac{m}{V},$$

где m — масса висмута в аликвотной части стандартного раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

3.2. **Проведение анализа**

Навеску висмутового концентрата массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, смачивают водой, прибавляют около 0,5 г фтористого аммония, 10 см³ соляной кислоты и нагревают в течение 10—15 мин. Затем приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Выпаривание с азотной кислотой повторяют дважды, прибавляя ее каждый раз по 5 см³.

К влажному остатку приливают 20 см³ горячей воды, 2 см³ азотной кислоты и кипятят до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до метки. Раствор перемешивают и фильтруют через сухой плотный фильтр в сухую колбу вместимостью 250 см³. Первую порцию фильтрата отбрасывают. Аликвотную часть раствора 50 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 0,1—0,2 г аскорбиновой кислоты до обесцвечивания раствора, затем несколько капель раствора сульфосалициловой кис-

лоты. Если раствор окрашивается в винно-красный цвет, вновь добавляют аскорбиновую кислоту до обесцвечивания.

Прибавляют 1—2 капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода малиновой окраски в соломенно-желтую.

3.3. **Обработка результатов**

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

$$X_1 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора трилона Б по висмуту, г/см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески пробы, г.

3.3.2. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля висмута, %	Допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализов
От 1,00 до 2,00 включ.	0,10	0,15
Св. 2,00 » 3,00 »	0,15	0,20
» 3,00 » 4,00 »	0,20	0,25
» 4,00 » 5,00 »	0,25	0,30
» 5,00 » 6,00 »	0,40	0,50

3.3.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л. Е. Вохрышева, канд. хим. наук; **Н. Р. Байгабулова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.12.89 № 4091**

3. **Срок первой проверки — 1995 г.**
   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ОСТ 48—136.1—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4461—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4478—78	3.1
ГОСТ 4518—75	3.1
ГОСТ 6344—73	2.1
ГОСТ 10652—73	3.1
ГОСТ 10928—75	2.1, 3.1
ТУ 6—09—1509—78	3.1
ТУ 6—09—3757—74	2.1
Государственная фармакопея СССР № 20, статья 6	3.1

gost.e-ecolog.ru