УДК 669.018.44:546.87.06:006.354 Группа В39

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

Методы определения висмута

ГОСТ 24018.4—80

Nickel — based fireresistant alloys.
Methods for the determination of bismuth

МКС 77.120.40
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения висмута (при массовых долях от 0,0005 % до 0,010 %) и непламенный атомно-абсорбционный метод определения висмута (при массовых долях от 0,0002 % до 0,01 %).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 24018.0.

А. Фотометрический метод определения висмута

Сущность метода

Метод основан на образовании в среде серной кислоты 1 моль/дм^3 окрашенного в желтый цвет комплексного соединения висмута с йодистым калием состава $K(BiI_4)$. Висмут предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в аммиачном растворе (pH 7,5) в присутствии винной кислоты в качестве комплексообразующего вещества.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Термометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Смесь соляной и азотной кислот: к 150 см^3 соляной кислоты добавляют 50 см^3 азотной кислоты, перемешивают; и разбавленная 1:1, готовят непосредственно перед использованием.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ГОСТ 14262.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ГОСТ 24147 и разбавленный 1:200.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой концентрацией 50 г/см^3, (г/дм^3).

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор с массовой концентрацией 25 г/см^3, (г/дм^3).

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой концентрацией 0,1 г/см^3, (г/дм^3).

Тиоацетамид, водный раствор с массовой концентрацией 2 г/см^3, (г/дм^3).

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329, раствор с массовой концентрацией 1 г/см^3, (г/дм^3).

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой концентрацией 10 г/см^3, (г/дм^3).

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор с массовой концентрацией 2 г/см^3, (г/дм^3).

Универсальная индикаторная бумага, pH 1—10.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Никелевый порошок по ГОСТ 9722.

Медь марки М00бк по ГОСТ 859.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Медь азотнокислая, раствор с массовой концентрацией 1 г/см^3, (г/дм^3):

1 г металлической меди растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Висмут марок Ви0; Ви00; Ви000; Ви0000 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута.

Раствор А: 0,1 г висмута растворяют в 30 см^3 азотной кислоты (1:1) при нагревании, охлаждают, приливают 10 см^3 серной кислоты, выпаривают до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,0001 г висмута.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 серной кислоты, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора Б содержит 0,00001 г висмута.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески сплава: 1 г при массовой доле висмута от 0,0005 % до 0,005 %; 0,5 г при массовой доле висмута свыше 0,005 % до 0,010 % помещают в стакан (или колбу) вместимостью 250—300 см^3, приливают 30 см^3 смеси соляной и азотной кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до объема приблизительно 10 см^3. Добавляют 30 см^3 воды, 15—20 см^3 раствора винной кислоты, 1 см^3 раствора азотнокислой меди и нагревают в течение 5 мин. Раствор охлаждают, приливают 20—25 см^3 раствора аммиака и снова нагревают в течение 5—8 мин. Устанавливают pH 7,5 раствором соляной кислоты (1:1), используя pH-метр. Разбавляют раствор водой до приблизительно 150 см^3, нагревают до 85 °С — 90 °С, приливают 10 см^3 раствора тиоацетамида и выдерживают 10 мин при этой же температуре. Вновь приливают 10 см^3 раствора тиоацетамида, оставляют раствор с осадком на 2 ч при 40 °С — 50 °С и охлаждают. Осадок сульфидов отфильтровывают на два фильтра средней плотности (белая лента), промывают 7—8 раз холодной водой. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют 40—50 см^3 (порциями по 10 см^3) горячей смеси соляной и азотной кислот (1:1) и промывают фильтр 2—3 раза горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение.

К полученному раствору прибавляют 2 см^3 серной кислоты, раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Соли растворяют в 50 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 раствора азотнокислого серебра, 10 см^3 раствора надсернокислого аммония, нагревают в течение 3—5 мин, приливают 10 см^3 раствора алюмокалиевых квасцов и раствор аммиака до слабого запаха. Содержимое стакана нагревают в течение 3—5 мин, осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности (белая лента) и промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака (1:200). Фильтрат отбрасывают. Осадок растворяют в 30 см^3 горячей смеси соляной и азотной кислот (1:1), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Затем приливают 2 см^3 серной кислоты, выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки стакана водой, снова выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Соли растворяют в 10—15 см^3 воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют водой до 30—35 см^3, приливают 10 см^3 раствора йодистого калия и перемешивают. Раствор оставляют на 2—3 мин, добавляют 2,5 см^3 раствора тиомочевины порциями в 2—3 приема для восстановления свободного йода, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при λ_{max} = 337 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 430 до 480 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Содержание висмута находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.2. Построение градуировочного графика

В пять стаканов (или колб) вместимостью 250—300 см^3 помещают по 0,5 г металлического никеля или никелевого порошка. В четыре стакана (или колбы) приливают последовательно 0,5; 1,0; 3,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б висмута. Пятый стакан (или колба) служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы добавляют по 30 см^3 смеси соляной и азотной кислот. Далее

поступают как указано в п. 3.1, из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_1 — масса навески сплава, г.

4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Б. Непламенный атомно-абсорбционный метод определения висмута

Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения излучения свободными атомами висмута при длине волны 223,1 или 306,8 нм, образующимися при введении анализируемого раствора в электротермический атомизатор. Висмут предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в аммиачном растворе (pH 7,5) в присутствии винной кислоты в качестве комплексообразующего вещества и сульфида меди в качестве коллектора.

5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с электротермическим атомизатором.

Лампа для определения висмута.

Аргон высокой чистоты по ГОСТ 10157 или смесь аргона с 5 % водорода.

pH-метр.

Термометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Смесь соляной и азотной кислот: к 150 $см^3$ соляной кислоты добавляют 50 $см^3$ азотной кислоты, перемешивают; и разбавленная 1:1. Смесь кислот готовят непосредственно перед использованием.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 500 $г/дм^3$.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Тиоацетамид, раствор 20 $г/дм^3$.

Медь марки М00бк по ГОСТ 859.

Медь азотнокислая, раствор 0,01 $г/см^3$ 1 г металлической меди растворяют при нагревании в 15—20 $см^3$ азотной кислоты (1:1).

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Никелевый порошок по ГОСТ 9722.

Висмут марок Ви0, Ви00, Ви000, Ви0000 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута:

Раствор А: 0,1 г висмута растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты при нагревании, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ стандартного раствора А содержит 0,0001 г висмута.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора Б содержит 0,00001 г висмута.

Раствор В: 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед использованием.

1 см^3 стандартного раствора В содержит 0,000001 г висмута.

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Навеску сплава массой (табл. 1) помещают в стакан или колбу вместимостью 250—300 см^3, приливают 20—30 см^3 смеси соляной и азотной кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при нагревании.

Таблица 1

Массовая доля висмута, %	Масса навески, г
От 0,0002 до 0,002 включ.	0,5
Св. 0,002 » 0,005 »	0,2
» 0,005 » 0,01 »	0,1

Раствор выпаривают до объема приблизительно 10 см^3. Добавляют 30 см^3 воды, 15—20 см^3 раствора винной кислоты, 1 см^3 раствора азотнокислой меди и нагревают в течение 10 мин.

Раствор охлаждают, добавляют 20—25 см^3 аммиака и снова нагревают в течение 5—8 мин. Устанавливают pH 7,5 раствором соляной кислоты (1:1), используя pH-метр. Раствор разбавляют водой до объема приблизительно 150 см^3, нагревают до 85 °С — 90 °С, приливают 10 см^3 раствора тиоацетамида, выдерживают 10 мин при этой же температуре. Вновь приливают 10 см^3 раствора тиоацетамида, оставляют раствор с осадком на 2 ч при 40 °С — 50 °С и охлаждают.

Осадок сульфидов отфильтровывают на два фильтра средней плотности (белая лента), промывают 7—8 раз холодной водой. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют в 40—50 см^3 (порциями по 10 см^3) горячей смеси соляной и азотной кислот, разбавленной (1:1) и промывают фильтр 2—3 раза горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан (или колбу), где производилось осаждение. Раствор выпаривают досуха, соли растворяют в 5 см^3 азотной кислоты и снова выпаривают досуха. Соли растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании, накрывая стакан или колбу стеклом, охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки, перемешивают.

Отбирают микропипеткой аликвотную часть раствора, равную 20 мкдм^3, вводят в электротермический атомизатор и фиксируют величину поглощения излучения с помощью регистрирующего устройства. Для измерения отбирают не менее трех аликвотных частей раствора.

Массу висмута находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

6.2. Подготовка прибора к измерению

Включение прибора, настройку спектрофотометра на резонансное излучение, регулировку блока управления, блока атомизации проводят согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Условия определения висмута:

- аналитическая линия (λ) — 223,1 нм,
  — 306,8 нм;
- спектральная ширина щели — 0,2 нм;
- время высушивания при 100 °С — 10 с;
- время разложения при 560 °С — 15 с;
- время атомизации при 1930 °С — 10 с.

Определение висмута проводят в полном потоке инертного газа с отключением его на стадии атомизации.

6.3. Построение градуировочного графика

В семь стаканов (или колб) вместимостью 250—300 см^3 помещают навески металлического никеля или никелевого порошка в соответствии с табл. 1.

В шесть стаканов (или колб) приливают последовательно 1, 2, 4, 6, 8, 10 см^3 стандартного раствора В висмута. Седьмой стакан (или колба) служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы приливают по 20—30 см^3 смеси соляной и азотной кислот, накрывают часовыми стеклами и растворяют навески при нагревании. Растворы выпаривают до объема приблизительно 10 см^3, добавляют по 30 см^3 воды, по 20 см^3 раствора винной кислоты и нагревают в течение 10 мин. Далее поступают, как указано в пп. 5.3.1 и 5.3.2.

Из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_1 — масса навески сплава, г.

7.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля висмута, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0002
Св. 0,0005 » 0,001 »	0,0005
» 0,001 » 0,002 »	0,001
» 0,002 » 0,005 »	0,002
» 0,005 » 0,01 »	0,003

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.80 № 958**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 849—97	2, 5	ГОСТ 6344—73	2
ГОСТ 859—2001	2, 5	ГОСТ 9722—97	2, 5
ГОСТ 1277—75	2	ГОСТ 10157—79	5
ГОСТ 3118—77	2, 5	ГОСТ 10928—90	2, 5
ГОСТ 3760—79	2, 5	ГОСТ 11125—84	2, 5.2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 14261—77	2, 5.2
ГОСТ 4232—74	2	ГОСТ 14262—78	2
ГОСТ 4329—77	2	ГОСТ 20478—75	2
ГОСТ 4461—77	2, 5	ГОСТ 24018.0—90	1.1
ГОСТ 5817—77	2, 5	ГОСТ 24147—80	2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

6. **ИЗДАНИЕ (август 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., декабре 1990 г. (ИУС 4—86, 3—91)**

gost.e-ecolog.ru