УДК 669.4 : 546.87.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

Методы определения висмута

Lead
Methods for the determination of bismuth

ОКСТУ 1725

ГОСТ 20580.4—80*

(СТ СЭВ 909—78)

Взамен
ГОСТ 20580.4—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен
с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396 срок действия продлен
до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения висмута от 0,001 до 0,2% в свинце (99,992—99,5%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 909—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20580.0—80.

1.2. Правильность получаемых результатов анализа контролируется одновременным определением массовой доли висмута в соответствующем СО свинца № 1591—79 — 1594—79.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ОТДЕЛЕНИЕМ ВИСМУТА ЭКСТРАКЦИЕЙ В ВИДЕ КАРБАМИНАТА С ПРИМЕНЕНИЕМ ЦИАНИДОВ

Метод основан на экстракции висмута в виде карбамината четыреххлористым углеродом из аммиачного раствора в присутствии ЭДТА и цианистого калия. Органический экстракт выпаривают досуха в присутствии азотной кислоты. Далее в азотнокислой среде висмут, взаимодействуя с тиомочевиной, образует желтый комплекс, который фотометрируют при длине волны 470 нм.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

* *Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4—84).*

gost.e-ecolog.ru

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1 и 2 : 5.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69.

Смесь для растворения: 200 г винной кислоты и 200 г лимонной кислоты растворяют в воде и разбавляют до 1000 см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 2 : 1.

Калий цианистый, 10%-ный раствор.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 10%-ный раствор, свежеприготовленный.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71, 1%-ный раствор. Раствор должен быть свежеприготовленным и отфильтрованным.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (ЭДТА) по ГОСТ 10652—73, 40%-ный раствор. 40 г ЭДТА растворяют при слабом нагревании в растворе аммиака (2 : 1), доводят этим же раствором до объема 100 мл.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный раствор в этиловом спирте.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—72.

Висмут по ГОСТ 10928—75.

Стандартный раствор висмута.

0,1 г висмута растворяют при нагревании в 50 см³ азотной кислоты (1 : 1), охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг висмута.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. В зависимости от ожидаемой массовой доли висмута берут навески свинца, масса которых указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля висмута, %	Масса навески свинца, г
От 0,001 до 0,005	5
Св. 0,005 » 0,01	2
» 0,01 » 0,03	1
» 0,03 » 0,05	0,5
» 0,05 » 0,2	0,25

Навеску свинца помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 10 см³ смеси для растворения и 10 см³ азотной кислоты (1 : 1). При растворении 5 г навески используют 30 см³ смеси для растворения и 20 см³ азотной кислоты (1 : 1).

После растворения раствор охлаждают, прибавляют 5 капель раствора фенолфталеина и нейтрализуют аммиаком до появления розовой окраски. Раствор охлаждают, переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³, доводят объем до 50 см³. Прибавляют 50 см³ раствора ЭДТА, 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10—20 см³ раствора цианистого калия (в соответствии с массовой долей меди, цинка, серебра) и экстрагируют 20 см³ четыреххлористого углерода в течение 2 мин. Сливают органический слой в стакан вместимостью 100 см³ и экстракцию с 2 см³ диэтилдитиокарбамата натрия и 20 см³ четыреххлористого углерода повторяют. Объединенные экстракты выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см³ азотной кислоты и снова выпаривают досуха. Прибавляют 10 см³ азотной кислоты (2 : 5) и кипятят 1—2 мин. После охлаждения прибавляют 10 см³ раствора тиомочевины, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют через плотный фильтр.

Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 470 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольные опыты в тех же условиях со всеми, применяемыми в ходе анализа, реактивами.

Количество висмута в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

2.2.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 50 см³ вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 5,0 см³ стандартного раствора висмута. Восьмая мерная колба служит для проведения контрольного опыта. Во все колбы прибавляют по 10 см³ азотной кислоты (2 : 5), 10 см³ раствора тиомочевины, разбавляют водой до метки, перемешивают и фотометрируют, как указано в п. 2.2.1.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям висмута строят градуировочный график.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ОТДЕЛЕНИЕМ СВИНЦА В ВИДЕ СУЛЬФАТА

Метод основан на образовании тиомочевинного комплекса висмута и его фотометрировании в области длин волн 390—413 нм после отделения свинца в виде сульфата.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1 и раствор с (HNO_3) = 1 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 10%-ный раствор, свежеприготовленный.

Висмут металлический по ГОСТ 10928—75.

Стандартный раствор висмута.

Раствор А: 0,1 висмута растворяют в 20 см³ азотной кислоты (1 : 1). Кипятят до удаления окислов азота. Приливают 20 см³ воды и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доливают до метки раствором азотной кислоты концентрации 1 моль/дм³ и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг висмута.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. В зависимости от ожидаемой массовой доли висмута берут навески свинца, масса которых указана в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля висмута, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы для разбавления, см³	Объем аликвотной части раствора см³
От 0,001 до 0,006	5	50	25
Св 0,006 » 0,03	2	100	25
» 0,03 » 0,08	1	100	20
» 0,08 » 0,2	1	100	5

Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ азотной кислоты (1 : 1), приливают 10—20 см³ воды и кипятят до удаления окислов азота. Охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 50 или 100 см³ (табл. 2), приливают 3 см³ серной кислоты (1 : 1), доливают до метки водой и перемешивают. Через 2 ч отфильтровывают раствор в сухую чистую колбу через плотный фильтр и аликвотную часть фильтрата (табл. 2), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³. Прибавляют 10 см³ раствора тиомочевины, доводят до метки водой и перемешивают.

Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность растворов в области длин волн 390—413 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольные опыты для внесения в результат соответствующей поправки.

Количество висмута в колориметрируемом объеме устанавливают по градуировочному графику.

3.2.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 0,25; 0,5; 1,0, 1,5, 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора висмута, что соответствует 25; 50; 100; 150; 200 и 250 мкг висмута (седьмая служит для проведения контрольного опыта). Раствор разбавляют до 10 см³ водой,

приливают 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), 3 см³ серной кислоты (1 : 1), 10 см³ раствора тиомочевины. Доводят до метки водой и далее поступают, как указано в п. 3.2.1.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым долям висмута строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески свинца, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля висмута, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003	0,0003
Св 0,003 » 0,005	0,0005
» 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,02	0,002
» 0,02 » 0,04	0,004
» 0,04 » 0,07	0,006
» 0,07 » 0,1	0,008
» 0,1 » 0,2	0,015

Изменение № 2 ГОСТ 20580.4—80 Свинец. Методы определения висмута

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.07.90 № 2203

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1725 на ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1 после слова «анализа» дополнить словами: «и требования безопасности».

Пункт 1.2 исключить.

Пункт 2.1. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³» (2 раза); «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³»; «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³; «по ГОСТ 5850—72, 1 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—5360—87, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³; заменить значения: 100 мл на 100 см³; 0,1 г на 0,100 г;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 2.2.1. Таблица 1. Графа «Масса навески свинца, г». Заменить значения: 5 на 5,000; 2 на 2,000; 1 на 1,000; 0,5 на 0,500; 0,25 на 0,250.

Пункт 3.1. Четвертый абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³»;

седьмой абзац. Заменить значение и слова: 0,1 на 0,100 г, «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.2.1. Таблица 2. Графа «Масса навески, г». Заменить значения: 5 на 5,000; 2 на 2,000; 1 на 1,000 (2 раза);

второй абзац. Заменить слова: «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля висмута, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0003	0,0004
Св. 0,0030 » 0,0050 »	0,0005	0,0006
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	0,0013
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,003
» 0,020 » 0,040 »	0,004	0,005
» 0,040 » 0,070 »	0,006	0,007
» 0,070 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,01	0,02

(ИУС № 11 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru