МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА

Издание официальное

БЗ 10—98

gost.e-ecolog.ru

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 669.6 : 546.87.06 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

Методы определения висмута

ГОСТ 15483.2—78

Tin.
Methods for determination of bismuth

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле висмута от 0,002 до 0,1 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле висмута от 0,01 до 0,1 %) методы определения висмута в олове всех марок, кроме олова высокой чистоты.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4807.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 15483.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и бромистоводородной кислот с бромом, удалении олова в виде бромида в присутствии хлорной кислоты и измерении оптической плотности комплексного соединения висмута с тиомочевиной при длине волны 440 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная: 45 $см^3$ соляной кислоты, 45 $см^3$ бромистоводородной кислоты и 10 $см^3$ брома.

Кислота хлорная, раствор с массовой долей 70 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

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

Висмут металлический по ГОСТ 10928.

Стандартный раствор висмута: 0,1000 г металлического висмута растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, содержащую 100 $см^3$ раствора азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г висмута.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. В зависимости от содержания висмута навеску олова массой в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 10 $см^3$ смеси для растворения, накрывают

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

часовым стеклом и оставляют без нагревания до растворения навески. Затем часовое стекло обмывают 2—3 см^3 соляной кислоты, приливают 5 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до появления белых паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 5 см^3 смеси для растворения и снова упаривают до появления белых паров. Если раствор мутный, то эту операцию повторяют до просветления раствора, что указывает на полноту отгонки олова и сурьмы.

Таблица 1

Массовая доля висмута, %	Масса навески, г
До 0,01	2
Св. 0,01 » 0,05	1
» 0,05 » 0,10	0,5

Охлажденный хлорнокислый раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, вливают точно отмеренные 20 см^3 раствора тиомочевины, доводят до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 440 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу висмута в растворе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми стаканов вместимостью 50 см^3 отмеряют 0,4; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 стандартного раствора висмута, что соответствует 0,04; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 и 0,6 мг висмута. Во все стаканы приливают по 5 см^3 хлорной кислоты и нагревают до появления паров хлорной кислоты. Охлажденные растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3. Приливают 20 см^3 раствора тиомочевины, доводят водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность измеряют, как указано в п. 2.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора висмута. По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям висмута строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 олова, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля висмута, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,005	0,001
Св. 0,005 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,02	0,003
» 0,02 » 0,05	0,005
» 0,05 » 0,08	0,008
» 0,08 » 0,1	0,010

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси фтористоводородной и азотной кислот с водой и измерении атомной абсорбции висмута в пламени ацетилен-воздух при длине волны 223,1 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный.

Стаканы из фторопласта вместимостью 50 см^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Смесь для растворения: фтористоводородную и азотную кислоты смешивают с водой в соотношении 2 : 3 :5 соответственно. Смесь хранят в посуде из полиэтилена.

Олово высокой чистоты по ГОСТ 860.

Висмут по ГОСТ 10928.

Раствор висмута стандартный; готовят, как указано в п. 2.2.

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

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску олова массой 1 г помещают в стакан из фторопласта вместимостью 50 см^3 и приливают небольшими порциями 10 см^3 смеси для растворения, следя за тем, чтобы реакция не протекала бурно. По окончании растворения содержимое стакана нагревают в течение 1—2 мин, не доводя до кипения, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию висмута в пламени ацетилен-воздух при длине волны 223,1 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта. Концентрацию висмута в растворе находят по градуировочному графику.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в семь стаканов из фторопласта помещают по 1,0 г олова высокой чистоты, растворяют в 10 см^3 смеси для растворения, следя за тем, чтобы реакция не протекала бурно. По окончании растворения содержимое стакана нагревают в течение 1—2 мин, не доводя до кипения, и охлаждают.

Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3 и в шесть из них отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора висмута, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг висмута. Растворы доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию висмута, как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям висмута строят градуировочный график.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация висмута, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — концентрация висмута в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем фотометрируемого раствора, см^3;

m — масса навески олова, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.С. Баев, Т.П. Алманова, Г.М. Власова, В.С. Мешкова, Л.В. Мищенко, Л.Д. Савилова, Р.Д. Тресницкая

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.12.78 № 3300**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4807—84**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 15483.2—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 860—75	3.2
ГОСТ 2062—77	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 4109—79	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 10928—90	2.2; 3.2
ГОСТ 15483.0—78	1.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1984 г., октябре 1985 г., июне 1989 г. (ИУС 12—84, 1—86, 10—89)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.04.99. Подписано в печать 24.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,44.
Тираж 131 экз. С 2893. Зак. 442.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru