УДК 669.45.'75 : 546.87.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Методы определения висмута

Lead-antimony alloys. Methods for the determination of bismuth

ГОСТ 1293.3—83

(СТ СЭВ 3621—82)

ОКП 17 2532

Взамен ГОСТ 1293.3—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 703 срок действия установлен

с 01.01.84

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения висмута при массовой доле висмута от 0,01 до 0,15% в свинцово-сурьмянистых сплавах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3621—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 1293.0—83.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси азотной и винной кислот, распылении растворов в воздушно-ацетиленовое пламя и измерении величины поглощения линии висмута 223,1 нм.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм), в зависимости от используемой аппаратуры.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Смесь кислот: 100 г винной кислоты растворяют в 500 см³ воды, добавляют 250 см³ азотной кислоты и доводят водой до 1000 см³.

Висмут по ГОСТ 10928—75, марки Ви0.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление стандартных растворов висмута*

Раствор А: 0,1 г висмута растворяют в 20 см³ смеси кислот. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг висмута.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 100 мкг висмута.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 100 см³ вносят 1, 3, 5, 8, 10 и 15 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 1, 3, 5, 8, 10 и 15 мкг/см³ висмута. Во все колбы добавляют по 20 см³ смеси кислот, доводят до метки водой и перемешивают.

2.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ смеси кислот и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Анализируемый и стандартные растворы распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линии висмута 223,1 нм на атомно-абсорбционном спектрофотометре.

Условия измерения подбирают в соответствии с применяемым прибором. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели прибора.

На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают в режиме «концентрация» и результат получают на табло в мкг/см³, или в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов» или по градуировочному графику.

На остальных спектрофотометрах работают в режиме «поглощение» с записью на самопишущем потенциометре или со снятием показаний по стрелочному или цифровому прибору.

Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении показаний для анализируемого раствора и двух стандартных растворов, один из которых дает большие, а другой меньшие показания по сравнению с показаниями для анализируемого раствора.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Если измерение проводят на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют высоту пиков в миллиметрах и строят градуировочный график в координатах: C — концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/см³, L — высота пика, мм.

При измерении величины поглощения линии определяемого элемента по стрелочному и цифровому прибору градуировочный график строят в координатах: C — концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/см^3; N — показания стрелочного или цифрового прибора.

Массовую долю висмута (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где C_1 — концентрация висмута в анализируемом растворе, мкг/см^3;

C_2 — концентрация висмута в растворе контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески сплава, г.

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

Массовая доля висмута, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02	0,002
Св. 0,02 » 0,04	0,004
» 0,04 » 0,07	0,006
» 0,07 » 0,1	0,008
» 0,1 » 0,15	0,015

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в смеси азотной и винной кислот, образовании окрашенного комплексного соединения висмута с тиомочевиной и измерении оптической плотности раствора при длине волны 400—450 нм на фотоэлектроколориметре или при 413 нм на спектрофотометре.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Смесь кислот: 200 г винной кислоты растворяют в 500 см^3 воды, добавляют 250 см^3 азотной кислоты и разбавляют водой до 1000 см^3.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—77, 8%-ный раствор.

Висмут по ГОСТ 10928—75, марки Ви0.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление стандартного раствора висмута*

0,1 г висмута растворяют в 50 см³ раствора азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг висмута.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ наливают 1, 2, 4, 6, 8 и 10 см³ стандартного раствора висмута, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг висмута. В седьмую колбу стандартный раствор висмута не вводят. Во все колбы прибавляют по 20 см³ раствора азотнокислого свинца, по 20 см³ смеси кислот, по 20 см³ раствора тиомочевины, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 400—450 нм. Раствором сравнения служит вода.

По полученным значениям оптической плотности растворов (за вычетом оптической плотности раствора, в который не вводили стандартный раствор висмута) и соответствующим им содержаниям висмута строят градуировочный график.

3.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г при массовой доле висмута от 0,01 до 0,05% или 0,5 г при массовой доле висмута от 0,05 до 0,15% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ смеси кислот. После растворения раствор охлаждают, прибавляют 40 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора тиомочевины, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 400—450 нм. Раствором сравнения служит вода.

Массу висмута находят по градуировочному графику.

3.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m - m_1}{m_2 \cdot 10000},$$

где m — масса висмута в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_1 — масса висмута в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_2 — масса навески сплава, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.5.2.

Изменение № 1 ГОСТ 1293.3—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения висмута

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4205

Дата введения 01.07 88

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709

Пункты 3 1, 3 3 1, 3 4 Заменить слова: «при длине волны» на «в области длин волн»

(ИУС № 2 1988 г)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.3—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения висмута

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2927

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 3621—82).**

Вводная часть. Второй абзац исключить.

(Продолжение см. с. 34)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293 3—83)

Пункт 2 2 Заменить ссылку ГОСТ 10928—75 на ГОСТ 10928—90

Пункт 2 3 1 Первый абзац Заменить значение 0,1 г на 1,000 г

Пункт 2 4 Первый абзац Заменить значение 1 г на 1,0000 г

Пункт 2 5 2 изложить в новой редакции

«2 5 2 Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице

Массовая доля висмута, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,010 до 0,020 включ	0,001	0,002	0,002
Св 0,020 » 0,050 »	0,003	0,004	0,004
» 0,050 » 0,10 »	0,006	0,008	0,008
» 0,10 » 0,15 »	0,02	0,02	0,02

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293 0—83

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в табли-

(Продолжение см с 35)

це, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности анализа положительные».

Пункт 3.2. Пятый абзац. Заменить слова: «5%-ный раствор» на «раствор 50 г/дм^3»;

шестой абзац. Заменить слова: «8%-ный раствор» на «раствор 80 г/дм^3»;

заменить ссылку: ГОСТ 10928—75 на ГОСТ 10928—90.

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить значение и слова: 0,1 г на 0,1000 г, «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.4. Заменить значения: 1 г на 1,0000 г; 0,5 г на 0,5000 г.

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 36)

«3.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в таблице, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности анализа положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru