



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т  
С О Ю З А С С Р

---

**РЕАКТИВЫ**

**ВИСМУТ (III) АЗОТНОКИСЛЫЙ  
5-ВОДНЫЙ**

**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**

**ГОСТ 4110—75**

**Издание официальное**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Г. В. Грязнов, В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг, Е. Н. Яковлева, Л. В. Кидиярова, И. В. Жарова

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 07.08.75 № 2093

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 4110-62

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005-88	6.1	ГОСТ 9147-80	3.4
ГОСТ 83-79	3.4, 3.6.1	ГОСТ 10216-75	3.6.1
ГОСТ 84-76	3.6.1	ГОСТ 10398-76	3.2
ГОСТ 1770-74	3.3.1	ГОСТ 10671.5-74	3.4
ГОСТ 3118-77	3.4	ГОСТ 10671.7-74	3.5
ГОСТ 3773-72	3.6.1	ГОСТ 19433-88	4.1
ГОСТ 3885-73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 19627-74	3.6.1
ГОСТ 4160-74	3.6.1	ГОСТ 19908-90	3.4, 3.6.1
ГОСТ 4212-76	3.6.1	ГОСТ 25336-82	3.3.1, 3.4
ГОСТ 4461-77	3.3.1	ГОСТ 25664-83	3.6.1
ГОСТ 4517-87	3.3.1	ГОСТ 27025-86	3.1а
ГОСТ 6563-75	3.6.1	ГОСТ 27068-86	3.6.1
ГОСТ 6709-72	3.3.1, 3.6.1	ГОСТ 29227-91	3.6.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5-94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1980 г., сентябре 1990 г. (ИУС 6-80, 12-90)

Редактор Р. С. Федорова

Технический редактор Н. С. Гришакова

Корректор С. И. Фирсова

Компьютерная верстка А. Г. Хоменко

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.06.98. Подписано в печать 16.07.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,69.

Тираж 157 экз. С/Д 5949. Зак. 628.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Коломенский пер., 14.

Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.

Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.

ПЛР № 040138

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

## Реактивы

## ВИСМУТ (III) АЗОТНОКИСЛЫЙ 5-ВОДНЫЙ

ГОСТ

## Технические условия

4110-75

Reagents. Bismuth (III) nitrate pentahydrate.  
Specifications

ОКП 26 2424 0010 02

Дата введения 01.07.76

Настоящий стандарт распространяется на 5-водный азотнокислый висмут (III), который представляет собой прозрачные бесцветные кристаллы в массе белого цвета; растворим в кислотах, водой разлагается с образованием основной соли, светочувствителен; при температуре выше 26 °С выветривается, теряя воду и азотную кислоту.

Формула  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 485,07.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. 5-водный азотнокислый висмут (III) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По физико-химическим показателям 5-водный азотнокислый висмут (III) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2424 0012 00	Чистый (ч.) ОКП 26 2424 0011 01
1. Массовая доля 5-водного азотнокислого висмута (III) $(\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ , %, не менее	99,5	98,0
2. Массовая доля не растворимых в азотной кислоте веществ, %, не более	0,002	0,005
3. Массовая доля сульфатов ( $\text{SO}_4$ ), %, не более	0,005	0,03
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005	0,0015
7. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,005	0,020
8. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,0005	0,0010
9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,0005	0,0010
10. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,0005	0,0015

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1975

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Переиздание с Изменениями

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

- 2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.
- 2.2. Массовую долю хлоридов, кальция, магния и натрия изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.  
(Введен дополнительно, Изм. № 2).

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

- 3.1a. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г-М.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 250 г.

3.2. Определение массовой доли 5-водного азотнокислого висмута (III)

Определение проводят по ГОСТ 10398. При этом около 0,5500 г препарата помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> и растворяют в 4 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят по ГОСТ 10398.

Массовую долю 5-водного азотнокислого висмута (III) ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,00485 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где  $V$  — объем раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

0,00485 — масса 5-водного азотнокислого висмута (III), соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,5$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в азотной кислоте веществ

3.3.1. Реактивы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336;

стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—100 или мензурка 100 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 75 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты. Раствор нагревают в течение 20 мин на водяной бане и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, затем 100 см<sup>3</sup> горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

- для препарата чистый для анализа — 1 мг,
- для препарата чистый — 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 45\%$  для препарата «чистый для анализа» и  $\pm 30\%$  для препарата «чистый» при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.1—3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

При этом 3,00 г препарата помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 250 см<sup>3</sup> с меткой на 150 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты (ГОСТ 3118), доводят объем раствора водой до 100 см<sup>3</sup>, нейтрализуют при перемешивании по лакмусовой бумаге, затем объем раствора доводят водой до метки и фильтруют.

50 см<sup>3</sup> полученного фильтрата (соответствуют 1 г препарата) для препарата «чистый для анализа» или 15 см<sup>3</sup> фильтрата (соответствуют 0,3 г препарата) для препарата «чистый» помещают в фарфоровую (ГОСТ 9147) или кварцевую (ГОСТ 19908) чашку, прибавляют 0,5 г углекислого натрия (ГОСТ 83), выпаривают раствор досуха, затем осторожно прокаливают в муфельной печи при 500—600 °C до прекращения выделения паров. К остатку прибавляют 15 см<sup>3</sup> горячей воды, нейтрализуют по *n*-нитрофенолу раствором соляной кислоты с массовой долей 10 %, фильтруют, доводят объем раствора водой до 25 см<sup>3</sup> и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

- для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,
- для препарата чистый — 0,09 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и перемешивают до растворения препарата. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Объем раствора доводят водой до 25 см<sup>3</sup> и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7 в объеме 26 см<sup>3</sup>.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

- для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Cl,

для препарата чистый — 0,050 мг Cl, 2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 1 см<sup>3</sup> раствора азотно-кислого серебра.

При необходимости вводят поправку на содержание хлоридов в применяемом для растворения объеме азотной кислоты.

3.6. Определение массовой доли железа, кальция, магния, свинца, натрия

3.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

спектрограф типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехсту-пенчатым ослабителем;

генератор дуги переменного тока типа ДГ-1 или ДГ-2;

микрофотометр типа МФ-2 или МФ-4;

спектропроектор типа ПС-18;

лампа инфракрасная;

угли графитированные для спектрального анализа ос.ч. 7—3 (электроды угольные); верхний электрод диаметром 6 мм заточен на конус, нижний электрод диаметром 6 мм с цилиндрическим каналом диаметром 3,2 мм и глубиной 7 мм;

конденсор кварцевый (фокусное расстояние 160 мм);

## С. 4 ГОСТ 4110—75

фотопластинки «панхром» или «изохром», светочувствительностью 32—45 ед.; пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5 по ГОСТ 29227; чаша кварцевая 100 по ГОСТ 19908 или чашка платиновая № 118—4 по ГОСТ 6563; вода дистиллированная по ГОСТ 6709; аммоний хлористый по ГОСТ 3773; гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627; калий бромистый по ГОСТ 4160; метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664; натрий сульфит 7-водный; натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068; натрий углекислый по ГОСТ 83 или натрий уклекислый 10-водный по ГОСТ 84; висмута (III) окись по ГОСТ 10216, проверенная на отсутствие определяемых элементов в условиях данной методики; при наличии примесей их определяют методом добавок и учитывают при построении градуировочного графика;

растворы, содержащие определяемые элементы; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup> Fe, Ca, Mg, Cu и Na;

проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор Б—16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;

фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

### 3.6.2. Подготовка анализируемой пробы

5,00 г препарата помещают в платиновую чашку, нагревают на плитке до удаления оксидов азота, затем прокаливают при 450—500 °С до перехода в окись, охлаждают и растирают агатовым пестиком до получения однородной массы.

### 3.6.3. Приготовление образцов сравнения, содержащих примеси определяемых элементов

Для приготовления каждого образца сравнения 9,50 г окиси висмута (III), не содержащей определяемых элементов, помещают в платиновую чашку или кварцевую чашу. Затем прибавляют указанные в табл. 2 массы определяемых элементов (в виде растворов массовой концентрации 0,1 и 1 мг/см<sup>3</sup>) и высушивают под инфракрасной лампой. Полученный порошок прокаливают в муфельной печи при 450—500 °С в течение 3 мин, охлаждают и растирают агатовым пестиком в течение 3 ч. Для проверки гомогенности образцов сравнения проводят по 20 определений для каждого образца сравнения в условиях данной методики.

Таблица 2

Номер образца сравнения	Масса примеси в образцах сравнения, мг						Массовая доля примеси в образцах сравнения, %					
	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb
1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	1,0	0,001	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,005
2	0,4	0,2	0,2	0,3	0,3	4,0	0,002	0,0010	0,0010	0,0015	0,0015	0,020
3	0,6	0,4	0,4	0,5	0,5	5,0	0,003	0,0020	0,0020	0,0025	0,0025	0,025

### 3.6.4. Рекомендуемые условия съемки спектрограммы

Напряжение, В	.....	.....	.....	.....	.....	220—200
Сила тока, А	.....	.....	.....	.....	.....	5 ± 0,5
Ширина щели, мм	.....	.....	.....	.....	.....	0,01
Дутовой промежуток, мм	.....	.....	.....	.....	.....	2
Экспозиция, с	.....	.....	.....	.....	.....	40

Перед съемкой угольные электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока в течение 15–20 с при силе тока 10 А и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах определяемых элементов.

#### 3.6.5. Проведение анализа

После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода вносят 0,15 г анализируемой пробы, зажигают дугу и снимают спектрограмму. Также поступают с образцами сравнения, содержащими примесь определяемых элементов. Спектры анализируемого препарата и образцов сравнения снимают на одной фотопластинке 2–3 раза.

#### 3.6.6. Обработка спектрограммы и результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий, измеряя погрешность линий каждой примеси и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой (нм);

Fe – 302,06; Cu – 324,75;

Pb – 283,31; Mg – 279,55;

Ca – 422,67; Na – 330,23; 588,99 и 589,59.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность погрешностей  $\Delta S$ :

$$\Delta S = S_{\text{пр}+\text{ф}} - S_{\text{ф}},$$

где  $S_{\text{пр}+\text{ф}}$  – погрешность линии примеси + фона;

$S_{\text{ф}}$  – погрешность фона.

По трем значениям разности погрешностей определяют среднее арифметическое значение  $\Delta S'$  для каждого элемента. По значениям  $\Delta S'$  образцов сравнения каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс логарифмы концентраций, по оси ординат – среднее арифметическое значение разности погрешностей ( $\Delta S'$ ).

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 30\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

#### 3.5–3.6.6. (Измененная редакция, Изм. № 2).

### 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4, 2-9, 6-1 (обернутые светонепроницаемой бумагой), 11-2, 11-6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII (до 50 кг).

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112) и серийный номер ООН 1477.

#### (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских неотапливаемых помещениях.

### 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 5-водного азотнокислого висмута (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата – три года со дня изготовления.

#### 5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 5-водный азотнокислый висмут (III) по степени воздействия на организм относится к высокоопасным веществам (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005). Вызывает изменение в центральной нервной системе, печени, крови, раздражает кожу.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны — 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

6.2. При работе с препаратом необходимо применять средства индивидуальной защиты.

6.3. Помещения, в которых проводится работа с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата проводят в вытяжном шкафу. В местах наибольшего пыления необходимо предусмотреть местные отсосы.

Раздел 6. (Введен дополнительно, Изм. № 2).