

ОЛОВО

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА

Издание официальное

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 тиомочевинной при длине волны 440 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотозлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная: 45 см³ соляной кислоты, 45 см³ бромистоводородной кислоты и 10 см³ 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 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 100 см³ раствора азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 см³, приливают 10 см³ смеси для растворения, накрывают

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

часовым стеклом и оставляют без нагревания до растворения навески. Затем часовое стекло обмывают 2—3 см³ соляной кислоты, приливают 5 см³ хлорной кислоты и выпаривают до появления белых паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 5 см³ 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.

Т а б л и ц а 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 см³, вливают точно отмеренные 20 см³ 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 см³ отмеряют 0,4; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ 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 см³ хлорной кислоты и нагревают до появления паров хлорной кислоты. Охлажденные растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³. Приливают 20 см³ 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.

Т а б л и ц а 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 см³.

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 см³ и приливают небольшими порциями 10 см³ 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 см³, 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 см³ 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 см³ и в шесть из них отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ 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/см³; C_2 — концентрация висмута в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³; V — объем фотометрируемого раствора, см³; 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.-издл. 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