

Изменение № 3 ГОСТ 13938.12—78 Медь. Методы определения висмута

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.04.88 № 1226

Дата введения 01.01.89

Наименование стандарта. Заменить слово: «Метод» на «Методы», «Method» на «Methods».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,00005 до 0,02 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,0003 до 0,005 %) методы определения висмута в меди всех марок в соответствии с ГОСТ 859—78.

Фотометрический метод основан на образовании йодистого комплекса висмута в сернистом растворе. Висмут отделяют от мешающих элементов соосаждением с гидроксидом железа или экстракцией диэтилдитиокарбамата висмута хлороформом. Оптическую плотность раствора йодидного комплекса висмута измеряют при длинах волн 450—470 нм.

Атомно-абсорбционный метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, отделении висмута на гидроксиде железа и последующем измерении поглощения висмута в солянокислом растворе при длине волны 223,1 нм в пламени ацетилен-воздух».

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Общие требования

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов по ГОСТ 13938.1—78».

Раздел 2. Заменить значение: 10 н. на 5 моль/дм³; 0,2 н. на 0,2 моль/дм³ (2 раза);

после слова «бромистоводородная» дополнить словами: «по ГОСТ 2062—77»;

после слова «хлороформ» дополнить словами: «по ГОСТ 20015—74»;

после слов «96 %-ный» дополнить словами: «по ГОСТ 18300—87»;

исключить слова: «марки Ви00 или Ви0»;

дополнить абзацами: «Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор 1:1.

(Продолжение см. с. 88)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.12—78)

Кислота аскорбиновая, раствор 50 г/дм³ свежеприготовленный».

Пункт 3.1. Заменить значения: 5 см³ на 5—10 см³, 20 см³ на 20—40 см³; таблицу 1 дополнить значениями:

Массовая доля висмута, %	Масса навески, г
От 0,00005 до 0,0003	10

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1в: «3.1в. Определение висмута допускается проводить: фильтрат, полученный по п. 3.1, нагревают до 40—50 °С и добавляют в него по каплям раствор двуххлористого олова до потемнения раствора и еще 1 см³. Добавляют немного фильтробумажной массы, нагревают до кипения и оставляют на 10—15 мин при температуре 70—80 °С до коагуляции осадка. Затем осадок фильтруют на плотный фильтр, в конус которого вложена фильтробумажная масса, и промывают 3—4 раза горячей водой. Фильтр с осадком отбрасывают.

К фильтрату приливают 4 см³ раствора винной кислоты, 5 см³ раствора йодистого калия и 1,0—1,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают, помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и снова перемешивают. Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность при длине волны 434—450 нм в кювете с толщиной слоя 30 или 50 мм. Раствором сравнения служит вода. Массу висмута определяют по градуировочному графику».

Пункт 3.2 перед значением 1,0 дополнить значением: 0,5.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

(Продолжение см. с. 89).

Массовая доля висмута, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,00005 до 0,00010 включ.	0,00002	0,00002
Св. 0,0001 » 0,0003 »	0,0001	0,0002
» 0,0003 » 0,0010 »	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0006
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0006	0,0009
» 0,005 » 0,020 »	0,002	0,005

Стандарт дополнить разделом — 5: «5. Атомно-абсорбционный метод

5.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любого типа.

Корректор фона.

Источник излучения на висмут.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Компрессор воздушный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1 моль/дм³ и 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и раствор 1:99.

Железо по ГОСТ 9849—86, раствор 15 г/дм³ в растворе азотной кислоты 0,1 моль/дм³.

Медь по ГОСТ 859—78.

Висмут по ГОСТ 10928—75.

Стандартные растворы висмута по разд. 2.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску меди массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 20—25 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1. Нагре-

(Продолжение см. с. 90)

вают до удаления оксидов азота. Затем приливают 250 см³ воды, 5 см³ раствора железа и нагревают до температуры 60—70 °С. Добавляют аммиак в таком количестве, чтобы вся медь перешла в аммиачный комплекс, и еще 5 см³. Выдерживают при температуре 70 °С до коагуляции осадка. После этого фильтруют раствор через фильтр средней плотности и промывают осадок 2—4 раза горячим раствором аммиака. Осадок на фильтре растворяют в 10 см³ горячего раствора соляной кислоты, промывают 2—3 раза горячей водой. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

При необходимости фильтрат не разбавляют до объема 25 см³, а выпаривают до 6—8 см³ и анализируют.

Измеряют оптическую плотность раствора в пламени ацетилен-воздух при длине волны 223,1 нм одновременно с раствором контрольного опыта и растворами для построения градуировочного графика.

Допускается определение в анализируемом растворе сурьмы (от 0,0005 до 0,02 %), олова (от 0,01 до 0,06 %) и свинца (от 0,0005 до 0,005 %).

5.2.2. Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью 400 см³ помещают по 5,0 г меди и поступают, как описано в п. 3.2.1. Затем в шесть из семи стаканов помещают 1,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25 см³ стандартного раствора Б и продолжают анализ, как описано в п. 3.2.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

5.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

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

V — вместимость мерной колбы, см³;

m — масса навески меди, г.

5.3.2. Расхождение результатов двух параллельных определений и двух анализов не должно превышать значений, приведенных в табл. 2.

5.3.4. При разногласиях в оценке массовой доли висмута применяют фотометрический метод».

Справочное приложение исключить.

(ИУС № 7 1988 г.)