

СПЛАВЫ СВИЦОВО-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 01.01.84до 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

417-95
5

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 в 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 тиомочевинной 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 Вн0.

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 $P^1 = 0,95$ 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 2632 на ОКСТУ 1709.

Пункты 8.1, 8.3.1, 8.4. 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/дм³»;

шестой абзац. Заменить слова: «8%-ный раствор» на «раствор 80 г/дм³»;

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.)
