

Контрольные ЭКЗ



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 1652.7-77 — ГОСТ 1652.13-77

Издание официальное

БЗ 10—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ****Методы определения висмута****ГОСТ
1652.7—77**

Copper-zinc alloys.

Methods for the determination of bismuth

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические и атомно-абсорбционные методы определения содержания висмута (при массовой доле висмута от 0,0005 до 0,05 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

**2а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
С КСИЛЕНОЛОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ****2а.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании висмута окрашенного комплекса с ксиленоловым оранжевым и измерении оптической плотности окрашенного комплекса.

2а, 2а.1. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1997

1 см³ раствора содержит 0,01 г марганца.

Висмут марки Ви0 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута

Раствор А: 1,0 г висмута растворяют в 50 см³ азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают 50 см³ концентрированной азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г висмута.

Раствор Б: 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают соляной кислотой, разбавленной 1:5, до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г висмута.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Для сплавов, содержащих до 0,1 % олова, сурьмы и свинца

Навеску пробы массой 3 г (при массовой доле висмута до 0,005 %) или 1 г (при массовой доле свыше 0,005 %) помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 10 или 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения раствор разбавляют водой до 100 см³, нейтрализуют аммиаком до появления исчезающего во время перемешивания осадка, растворяют его необходимым количеством азотной кислоты, разбавленной 1:2, и разбавляют водой до 200 или 300 см³. Добавляют 2,5 см³ раствора сернокислого марганца, раствор нагревают до кипения, добавляют 3 см³ раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 1 мин.

Через 30 мин осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают на фильтре горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100.

Осадок смывают горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение, и остаток на фильтре растворяют 30 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:5, и раствор выпаривают почти досуха. К остатку добавляют 5 см³ концентрированной соляной кислоты, нагревают до растворения, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, стенки стакана ополаскивают смесью этилового спирта и метилизобутилкетона, доливают до метки этой же смесью и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию висмута в анализируемом растворе параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта в пламени ацетилен—воздух при длине волны 223,1 нм. Нуль прибора устанавли-

ливают по смеси соляной кислоты, этилового спирта и метилизобутилкетона.

6.3.2 Для сплавов, содержащих свыше 0,1 % олова, сурьмы и свинца

Навеску пробы массой 3 г (при массовой доле висмута до 0,005 %) или 1 г (при массовой доле висмута свыше 0,005 %) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 45 или 15 см³ смеси для растворения. При неполном растворении добавляют по каплям бром. Раствор упаривают до 10 или 5 см³, затем добавляют 25 или 10 см³ хлорной кислоты и выпаривают до осветления и появления белого дыма хлорной кислоты. После охлаждения остаток растворяют в 50—70 см³ воды при нагревании. В присутствии свинца добавляют 10—15 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, и раствор охлаждают ледяной водой. Осадок хлорида свинца отфильтровывают на фильтр средней плотности, собирая в стакан вместимостью 400—600 см³. Фильтр с осадком промывают 5—10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9. Фильтрат разбавляют водой до 150 см³, нейтрализуют аммиаком и далее поступают, как указано в п. 6.3.1.

6.3.3 Построение градуировочного графика

В семь из восьми стаканов вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б. Во все стаканы добавляют по 10 см³ раствора марганца и выпаривают почти досуха. К остаткам добавляют по 5 см³ концентрированной соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 6.3.1.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю висмута (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(C_1 - C_2)}{m} \cdot V \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация висмута в анализируемом растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация висмута в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем мерной колбы для приготовления раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимости) не должны превышать допустимых значений, указанных в табл. 2.

6.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных

в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

6.4.2, 6.4.3. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

6.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

6.4.4.1—6.4.4.3. (Исключены, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егнзарова (руководитель темы), И.А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062
3. ВЗАМЕН ГОСТ 1652.7—71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	4.4, 5.4.4, 6.4.4
ГОСТ 435—77	5.2, 6.2
ГОСТ 859—78	Разд. 2
ГОСТ 1020—77	Вводная часть
ГОСТ 1652.1—77	1.1
ГОСТ 2062—77	Разд. 2, 5.2, 6.2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2, 5.2, 6.2
ГОСТ 3652—69	5.2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2, 5.2, 6.2
ГОСТ 4109—79	Разд. 2, 5.2, 6.2
ГОСТ 4147—74	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	5.2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2, 5.2, 6.2
ГОСТ 6008—90	6.2
ГОСТ 6344—73	5.2
ГОСТ 4463—76	Разд. 2
ГОСТ 5457—75	6.2
ГОСТ 5817—77	5.2
ГОСТ 5841—74	5.2
ГОСТ 10928—90	Разд. 2, 5.2, 6.2
ГОСТ 10929—76	Разд. 2, 5.2, 6.2
ГОСТ 15527—70	Вводная часть
ГОСТ 17711—93	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	5.2, 6.2
ГОСТ 20490—75	5.2, 6.2
ГОСТ 25086—87	1.1, 4.4, 5.4.4, 6.4.4

5. Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1981 г., ноябре 1987 г., декабре 1992 г. (ИУС 12—81, 2—88, 3—93)

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и 0,1 и 1 моль/дм³ растворы и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:8, 1:5 и 1:1.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота хлорная.

Бром по ГОСТ 4109.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:20.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор 100 г/дм³.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: 180 см³ бромистоводородной кислоты смешивают с 20 см³ брома.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 1 г/дм³; готовят следующим образом: 0,1 г хлорного железа растворяют в 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают водой до 100 см³.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор 5 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор 300 г/дм³.

Ксиленоловый оранжевый, раствор 1 г/дм³ в 0,1 моль/дм³ растворе азотной кислоты.

Медь марки М00к по ГОСТ 859.

Медь азотнокислая, раствор 50 г/дм³; готовят следующим образом: 5 г металлической меди растворяют в 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и до метки доливают водой.

Висмут марки Ви0 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г висмута растворяют в 20 см³ концентрированной азотной кислоты. Окислы азота удаляют кипячением, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г висмута.

Раствор Б; готовят следующим образом: 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г висмута.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для сплавов, не содержащих олова, сурьмы и свинца

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, прибавляют 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до растворения. Затем раствор разбавляют водой до 150 см³, добавляют 10 см³ раствора хлорного железа и осаждают гидроксиды раствором аммиака до образования растворимого темно-синего аммиачного комплекса меди. Смесь выдерживают в течение 30 мин при 50—60 °С.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 6—8 раз горячим раствором аммиака, разбавленным 1:20, и растворяют в 20 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане, в котором проводилось осаждение, фильтр промывают 8—10 раз горячей водой. Переосаждение повторяют еще раз.

Осадок растворяют на фильтре в 20 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане, в котором проводилось осаждение, фильтр промывают водой 5—7 раз и раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 3 см³ 1 моль/дм³ раствора азотной кислоты, ополаскивают стенки стакана 2—3 см³ воды, нагревают раствор до кипения и кипятят до растворения осадка. Затем добавляют 4 см³ раствора аскорбиновой кислоты и охлаждают. Прибавляют 1 см³ раствора фтористого натрия. 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки, перемешивают. При массовой доле висмута свыше 0,008 % к сухому остатку добавляют 1 моль/дм³ раствор азотной кислоты в количестве, согласно табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля висмута, %	Объем 1 моль/дм ³ раствора азотной кислоты, см ³	Вместимость мерной колбы, см ³	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,008 до 0,02 включ.	7,5	25	10
Св. 0,02 " 0,05 "	30,0	50	5

Добавляют 3—5 см³ воды, 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты, нагревают до кипения и растворения остатка, охлаждают, переводят

в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1, добавляют 1 см³ раствора фтористого натрия, 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, доливают до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Для сплавов, содержащих олово, сурьму и массовую долю до 0,5 % свинца

Анализ сплава проводят, как указано в п. 3.3, за исключением выделения хлористого свинца.

3.3. Для сплавов, содержащих олово, сурьму и массовую долю свыше 0,5 % свинца

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 15 см³ смеси кислот для растворения. При неполном растворении добавляют по каплям бром. После растворения прибавляют 15—20 см³ хлорной кислоты, выпаривают раствор до осветления и появления белых густых паров (объем оставшегося раствора не должен превышать 5 см³) и охлаждают. Стенки стакана ополаскивают небольшим количеством воды, раствор разбавляют до 30 см³ и нагревают до растворения солей. К раствору приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и охлаждают ледяной водой. Осадок хлорида свинца отфильтровывают на фильтр средней плотности, собирая фильтрат в стакан вместимостью 250 см³. Фильтр с осадком и стакан промывают небольшим количеством (5—8 см³) соляной кислоты, разбавленной 1:8. Осадок отбрасывают. В фильтрат добавляют 10 см³ раствора хлорного железа, разбавляют до объема 150 см³ и далее ведут анализ, как указано в п. 3.1.

3.4. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 300 см³ помещают по 10 см³ раствора азотнокислой меди, вводят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора висмута (раствор Б), по 10 см³ раствора хлорного железа, разбавляют водой до 150 см³ и далее ведут анализ, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий висмута.

По найденным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m — масса висмута, найденная по градуировочному графику, г;
 m_1 — масса навески сплава, г.

4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимости) не должны превышать допусковых значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля висмута, %	d , %	D , %
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,001 * 0,003 *	0,0003	0,0004
* 0,003 * 0,005 *	0,0005	0,0007
* 0,005 * 0,01 *	0,001	0,0014
* 0,01 * 0,03 *	0,002	0,003
* 0,03 * 0,05 *	0,003	0,004

4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.4.1—4.4.3. (Исключены, Изм. № 3).

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА С ТИОМОЧЕВИНОЙ

5.1. Сущность метода

Метод основан на образовании висмутом окрашенного комплекса с тиомочевинной в среде 1 моль/дм³ раствора азотной кислоты и измерения его оптической плотности при длине волны 470 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4451 и разбавленная 2:5, 1:2, 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 2:1 и 1:9.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:3.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная: кислота бромистоводородная и бром в соотношении 9:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Марганец сернистый по ГОСТ 435, раствор 80 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 30 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652.

Гидразин сернистый по ГОСТ 5841, раствор 20 г/дм³.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Раствор смеси лимонной и винной кислот; готовят следующим образом: 300 г винной кислоты и 200 г лимонной кислоты растворяют в 500 см³ воды.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, свежеприготовленный раствор 100 г/дм³.

Висмут марки В10 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута

Раствор А: 1,0 г растворяют в 50 см³ концентрированной азотной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 50 см³ концентрированной азотной кислоты, доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г висмута.

Раствор Б: 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 30 см³ концентрированной азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г висмута.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску пробы массой, установленной в зависимости от ожидаемого содержания висмута в соответствии с табл. 3, помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют смесь для растворения и осторожно нагревают.

Таблица 3

Массовая доля висмута, %	Масса навески, г	Объем смеси для растворения, см ³
От 0,001 до 0,005 включ.	5	70
Св. 0,005 » 0,02 »	2	30
» 0,02 » 0,05 »	1	15

При неполном растворении добавляют по каплям бром. Раствор упаривают до 5—7 см³, затем добавляют 40, 20 или 10 см³ соответственно хлорной кислоты и упаривают раствор до осветления и появления белого дыма хлорной кислоты. Остаток разбавляют водой до 30—100 см³ и нагревают до растворения солей. В присутствии свинца добавляют 10—20 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, и раствор охлаждают ледяной водой. Остаток хлорида свинца отфильтровывают на фильтр средней плотности, собирая фильтрат в высокий стакан вместимостью 400—600 см³. Фильтр с осадком промывают 5—10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9. Фильтрат разбавляют до 100—200 см³, нейтрализуют аммиаком до появления исчезающего во время перемешивания осадка, растворяют его в минимальном количестве азотной кислоты, разбавленной 1:2, и раствор разбавляют водой до 200—300 см³ (рН раствора 2—3).

В раствор добавляют 2,5 см³ раствора сернокислого марганца, нагревают до кипения, добавляют 3 см³ раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 1 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 5 раз азотной кислотой, разбавленной 1:100.

Осадок смывают водой в стакан, в котором проводилось осаждение, и остаток на фильтре растворяют 20 см³ горячей серной кислоты, одновременно добавляют 5—6 капель перекиси водорода. Фильтр промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают.

Раствор выпаривают до появления белого дыма. После охлажде-

ния добавляют по 10 см³ воды и раствора сернокислого гидразина и кипятят в течение 3 мин до обесцвечивания раствора. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, стенки стакана ополаскивают 20 см³ раствора смеси винной и лимонной кислот и добавляют по 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 2:5, и по 20 см³ раствора тиомочевины. Раствор доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром или на спектрофотометре при длине волны 470 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью до 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мг висмута. Во все колбы наливают по 20 см³ раствора смеси винной и лимонной кислот, по 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 2:5, по 20 см³ раствора тиомочевины и далее поступают, как указано в п. 5.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий висмута.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю висмута (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса висмута, найденная по градуировочному графику, г;
 m — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимости) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2.

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

5.4.2, 5.4.3. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или мето-

дом добавок или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.4.4.1—5.4.4.3. (Исключены, Изм. № 3).

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА

6.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте или смеси бромистоводородной кислоты и брома и измерении атомной абсорбции висмута в растворе органических растворителей (после предварительного соосаждения на гидратированную двуокись марганца) в пламени ацетилен—воздух при длине волны 223,1 нм.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр.

Лампа с полым катодом или безэлектродная лампа на висмут.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 2:1, 1:5 и 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1, 1:2 и 1:100.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения: кислота бромистоводородная и бром 9:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 30 г/дм³.

Марганец сернистокислый по ГОСТ 435, раствор 80 г/дм³.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Метилизобутилкетон.

Смесь этилового спирта и метилизобутилкетона в соотношении 1:1.

Смесь этилового спирта, метилизобутилкетона и концентрированной соляной кислоты в соотношении 4,5:4; 5:1.

Марганец металлический по ГОСТ 6008 с массовой долей висмута менее 0,0005 %.

Раствор марганца: 10 г металлического марганца растворяют в 40 см³ концентрированной азотной кислоты, удаляют окислы азота кипячением, добавляют 250 см³ концентрированной соляной кислоты, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают.