

**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И  
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ**

Методы определения висмута

ГОСТ

11739.4—90

Aluminum casting and wrought alloys  
Methods for determination of bismuth

ОКСТУ 1709

**НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

Срок действия с 01.07.91

до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле висмута от 0,005 до 0,8%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле висмута от 0,05 до 1,0%) методы определения висмута.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**2 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в смеси серной и азотной кислот или в растворе гидроксида натрия, образовании оранжево-желтого комплекса висмута с йодистым калием и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 465 нм.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и раствор 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup> и раствор 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Смесь кислот № 1: к 100 см<sup>3</sup> воды осторожно, порциями при перемешивании приливают 200 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, приливают 200 см<sup>3</sup> азотной кислоты и перемешивают.

Смесь кислот № 2: к 400 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты приливают 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты и перемешивают.

Смесь № 3: к 400 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты приливают 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты и перемешивают. Раствор перед употреблением нагревают приблизительно до 80 °С и приливают 2 см<sup>3</sup> раствора азотистокислового натрия.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, свежеприготовленный раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Висмут по ГОСТ 10928 марки ВИ0000 или ВИ000.

Стандартный раствор висмута: 0,1 г висмута помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. После растворения пробы раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г висмута.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Адсорбент (мацерированная бумага): 100 г измельченных фильтров («красная лента») помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 300 см<sup>3</sup> горячей воды и перемешивают мешалкой до получения однородной массы.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 растворяют одним из следующих способов.

Таблица 1

Массовая доля висмута, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Объем раствора серной кислоты, см <sup>3</sup>	Кювета, мм
От 0,005 до 0,02 включ.	1	Весь раствор	—	50
Св. 0,02 > 0,08 >	0,5	То же	—	30
> 0,08 > 0,4 >	0,5	20	20	30
> 0,4 > 0,8 >	0,25	20	20	30

2.3.1.1. При массовой доле кремния менее 0,5% навеску пробы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 25 см<sup>3</sup> смеси кислот № 1. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения навески, добавляют 30 см<sup>3</sup> воды и кипятят раствор 1—2 мин. Если раствор не прозрачен, то его фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») с адсорбентом в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, ополаскивая колбу и промывая фильтр 2—3 раза горячей водой порциями по 10 см<sup>3</sup>, чтобы объем фильтрата был не более 80 см<sup>3</sup>, и охлаждают раствор до комнатной температуры.

При массовой доле висмута менее 0,08% проводят фотометрирование раствора из всей навески в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

При массовой доле висмута более 0,08% раствор доливают водой до метки, перемешивают и продолжают по п. 2.3.2.

2.3.1.2. При массовой доле кремния более 0,5% навеску пробы помещают в стакан из фторопласта или стеклоуглерода вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, если его массовая доля в пробе составляет менее 0,2%, затем приливают 5—7 см<sup>3</sup> воды и при постоянном охлаждении небольшими порциями — 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия. После прекращения бурной реакции стакан нагревают до полного растворения пробы и при умеренном нагревании, избегая разбрызгивания, упаривают до 15—20 см<sup>3</sup>. Наличие в растворе характерной мути серого цвета свидетельствует о присутствии нерастворившегося кремния. В этом случае нагревание следует продолжить до получения прозрачного раствора. После охлаждения в стакан осторожно приливают 180—200 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей.

Раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») с адсорбентом. Осадок на фильтре промывают 8—10 раз горячей водой и растворяют в 45 см<sup>3</sup> горячей смеси кислот № 2 над стаканом или колбой вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>. Если проба содержит более 0,5% марганца, то осадок растворяют в 45 см<sup>3</sup> горячей смеси № 3. Фильтр промывают 6 раз горячей водой порциями по 20 см<sup>3</sup>, собирая промывные воды в тот же стакан.

Фильтрат и промывные воды упаривают до объема 70—80 см<sup>3</sup>, охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

При массовой доле висмута менее 0,08% проводят фотометрирование раствора для всей навески в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

При массовой доле висмута более 0,08% раствор доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. К раствору пробы или аликвотной части раствора (см. табл. 1) в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают раствор серной кислоты (см. табл. 1), 5 см<sup>3</sup> раствора тиомочевины, 10 см<sup>3</sup>

раствора йодистого калия, доливают водой до метки и перемешивают

2 3 3 Оптическую плотность раствора измеряют через 20 мин при длине волны 465 нм в кювете с толщиной слоя согласно табл 1

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по пп 2 3 1 1 или 2 3 1 2 и 2 3 2 со всеми используемыми в анализе реактивами

Массовую долю висмута рассчитывают по градуировочному графику

#### 2 3 4 Построение градуировочных графиков

2 3 4 1 При массовой доле кремния менее 0,5% в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отмеряют 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора висмута, что соответствует 0,00005, 0,0001, 0,0002, 0,0003, 0,0004, 0,0005 г висмута, приливают по 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и далее продолжают по пп 2 3 2, 2 3 3

2 3 4 2 При массовой доле кремния более 0,5% в семь стаканов из фторопласта или стеклоуглерода вместимостью по 200 см<sup>3</sup> помещают навески алюминия массой по 0,5 г, в шесть из них отмеряют 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора висмута, что соответствует 0,00005, 0,0001, 0,0002, 0,0003, 0,0004, 0,0005 г висмута и далее продолжают по п 2 3 1 2, фотометрируя раствор по пп 2 3 2 и 2 3 3 в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> из всей навески

Растворами сравнения служат растворы, не содержащие висмут

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график

## 2 4 Обработка результатов

2 4 1 Массовую долю висмута ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $m$  — масса висмута в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г,

$m_1$  — масса навески пробы или масса навески пробы в aliquотной части раствора, г

2 4 2 Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл 2