

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т

---

## КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ, ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ  
И АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ВИСМУТА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й     С Т А Н Д А Р Т****КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ****Фотометрические, полярографический и атомно-абсорбционный методы определения висмута****ГОСТ  
14047.4—78**Lead concentrates. Determination of bismuth content.  
Photometric, polarographic and atomic  
absorption methods

ОКСТУ 1725

Дата введения **01.01.80**

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает фотометрические, полярографический и атомно-абсорбционный методы определения массовой доли висмута от 0,001 до 0,5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

**1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ВИСМУТА  
от 0,001 до 0,03 %)**

Метод основан на образовании окрашенного в красно-оранжевый цвет комплексного соединения висмута с ксиленоловым оранжевым после предварительного отделения висмута от сопутствующих элементов в виде диэтилдитиокарбамата и фотометрировании.

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, раствор с  $(\text{HNO}_3)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (рН  $1\pm 0,1$ ) и разбавленную

1:1, прокипяченную до удаления окислов азота;

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

кислоту винную (виннокаменную кислоту) по ГОСТ 5817;

кислоту аскорбиновую (витамин С), раствор 100 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>;

ксиленоловый оранжевый, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>;

крезоловый красный, раствор 1 г/дм<sup>3</sup> в растворе спирта 200 г/дм<sup>3</sup>;

калий цианистый технический по ГОСТ 8465, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>;

спирт этиловый ректификованный;

## С. 2 ГОСТ 14047.4—78

соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>;

хлороформ (трихлорметан);

висмут марки Ви00 или Ви0 по ГОСТ 10928;

стандартные растворы висмута:

раствор А; готовят следующим образом: 0,1000 г висмута растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> разбавленный 1:1 азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, прибавляют 125 см<sup>3</sup> прокипяченной и охлажденной азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг висмута;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,005 мг висмута.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

### 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,2500—1,0000 г (в зависимости от содержания висмута) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и смачивают 1—2 см<sup>3</sup> воды. Прибавляют 10—15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и растворяют при слабом нагревании в течение 10—15 мин, затем приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до 1—2 см<sup>3</sup>. Если при этом образуется королек серы, к раствору приливают несколько раз азотную кислоту до полного окисления элементарной серы. Далее прибавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до состояния влажных солей. К остатку от выпаривания приливают 2—3 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают 1—2 мин, прибавляют 25 см<sup>3</sup> воды и снова нагревают 10—15 мин при температуре, близкой к кипению (70—80 °С).

Содержимое колбы охлаждают, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 5 г винной кислоты и 10—15 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, перемешивая после прибавления каждого реактива.

К раствору прибавляют несколько капель индикатора крезолового красного, нейтрализуют аммиаком до перехода окраски раствора из розовой в фиолетово-синюю и прибавляют в избыток 2 см<sup>3</sup> аммиака. При этом рН раствора должен быть 11—12. Содержимое колбы интенсивно перемешивают до растворения сульфата свинца, охлаждают, переливают в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup> и обмывают стенки колбы минимальным количеством воды. К раствору приливают 5 см<sup>3</sup> раствора цианистого калия и по истечении 1—2 мин — 3 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 15 см<sup>3</sup> хлороформа. Содержимое воронки встряхивают 2 мин и после расслаивания жидкостей сливают органический слой в другую делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

К водному раствору приливают 3 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 15 см<sup>3</sup> хлороформа и экстракцию повторяют.

К объединенным экстрактам приливают 10 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 азотной кислоты, встряхивают содержимое воронки 2 мин и после расслаивания жидкостей водный слой сливают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>. К органическому раствору приливают еще 10 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 азотной кислоты и реэкстракцию повторяют.

Объединенные азотнокислые растворы выпаривают в стакане почти досуха (не пересушивая), приливают 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривание повторяют. К остатку приливают 10—15 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, нагревают содержимое стакана почти до кипения, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором азотной кислоты 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Раствор фильтруют в сухой стакан, отбрасывая первую порцию фильтрата. Фильтрование можно не проводить, а отбирать осторожно раствор над осадком. Аликвотную часть раствора не более 20 см<sup>3</sup>, содержащую 5—30 мкг висмута, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят до объема 20 см<sup>3</sup> раствором азотной кислоты 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают.

Через 5 мин к раствору прибавляют пипеткой 0,5 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого, доливают до метки раствором азотной кислоты 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и тщательно перемешивают, при этом рН раствора должен быть 1±0,1. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре при длине волны 536 нм в кюветах с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя. Раствором сравнения служит раствор контрольной пробы, проведенной через анализ.

Массовую долю висмута устанавливают по градуировочному графику.

**(Измененная реакция, Изм. № 2, 3).**

2.2.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> помещают 1, 2, 3, 4, 5 и 6 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 5, 10, 15, 20, 25 и 30 мкг висмута. Седьмая колба служит для проведения контрольного опыта. Во все колбы прибавляют раствор азотной кислоты 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до объема 20 см<sup>3</sup>, приливают по 1 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают. Через 5 мин к растворам прибавляют по 0,5 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого, доливают до метки раствором азотной кислоты 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и снова перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, как указано в п. 2.2.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям висмута строят градуировочный график.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 10^6},$$

где  $m_1$  — количество висмута, найденное по градуировочному графику, мкг;

$V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески концентрата, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

Таблица 1

%		
Массовая доля висмута	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 0,001 до 0,005	0,0005	0,001
Св. 0,005 » 0,008	0,0015	0,002
» 0,008 » 0,01	0,0025	0,003
» 0,01 » 0,03	0,004	0,005

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ВИСМУТА от 0,03 до 0,4 %)

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения висмута с тиомочевинной после предварительного отделения висмута от мешающих элементов осаждением углекислым натрием и фотометрировании.

### 3.1. Аппаратура, реактивы растворы

Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1, 1:9, 1:200;

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

кислоту винную (виннокаменную кислоту) по ГОСТ 5817 и раствор 250 г/дм<sup>3</sup>;

висмут марки Ви00 и Ви0 по ГОСТ 10928;

гидразин серноокислый по ГОСТ 5841, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>;

натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84, раствор с  $(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 2$  моль/дм<sup>3</sup>;

тиомочевину по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный;

стандартный раствор висмута: 0,1000 г висмута растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 азотной кислоты, раствор кипятят для удаления окислов азота, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## С. 4 ГОСТ 14047.4—78

### 3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 15—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и растворяют при слабом нагревании в течение 15—20 мин.

Далее приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до 1—2 см<sup>3</sup>. Если при этом образуется королек серы, к раствору приливают несколько раз азотную кислоту до полного окисления элементарной серы. К раствору добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, выпаривают до состояния влажных солей, приливают еще 2—3 см<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают 2—3 мин, приливают 30 см<sup>3</sup> воды и снова нагревают 5—10 мин при температуре, близкой к кипению (70—80 °С). Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, осадок на фильтре промывают разбавленной 1:200 азотной кислотой, раствор в колбе доливают той же кислотой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть 5—25 см<sup>3</sup> раствора (в зависимости от содержания висмута) в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором углекислого натрия до появления осадка и приливают еще 1 см<sup>3</sup> в избыток. Содержимое стакана кипятят 1—2 мин и после оседания осадка отделяют прозрачную жидкость декантацией через фильтр. Осадок в стакане и часть его на фильтре растворяют в 10 см<sup>3</sup> разбавленной 1:9 азотной кислоты, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора сернокислого гидразина и кипятят 1—2 мин. Охлаждают, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, обмывают стенки стакана 5 см<sup>3</sup> той же кислоты, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора тиомочевины. При образовании осадка раствор нагревают на водяной бане до полного его растворения. После получения прозрачного раствора колбу охлаждают, содержимое ее разбавляют до метки разбавленной 1:9 азотной кислотой и перемешивают.

Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны 454 нм в кюветах с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массовую долю висмута определяют по градуировочному графику.

3.2.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2\*

%		
Массовая доля висмута	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 0,03 до 0,05	0,006	0,008
Св. 0,05 » 0,1	0,015	0,018
» 0,1 » 0,2	0,02	0,025
» 0,2 » 0,3	0,03	0,035
» 0,3 » 0,4	0,04	0,045
» 0,4 » 0,5	0,05	0,055

3.2.1, 3.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

### 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю висмута ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле, указанной в п. 2.3.1.

3.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 2 (см. п. 3.2.2).

## 4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВИСМУТА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ВИСМУТА от 0,03 до 0,5 %)

Метод основан на полярографическом определении висмута на хлоридно-натриевом фоновом электролите после соосаждения висмута с гидроксидом железа.

### 4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

полярограф переменного тока любой марки или полярограф осциллографический типа ПО-5122;

\* Таблица 3. (Исключена, Изм. № 1).

кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:9;  
 кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;  
 кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:9;  
 аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;  
 царскую водку (смесь трех объемов соляной кислоты и одного объема азотной кислоты);  
 железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>. Готовят на соляной кислоте, разбавленной 1:9;

кислоту бромистоводородную по ГОСТ 2062;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159;

электролит фоновый; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 2 дм<sup>3</sup> помещают 400 г хлористого натрия, 20 г гидразина дигидхлорида, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доводят до объема 2 дм<sup>3</sup> водой и перемешивают до растворения солей;

ртуть по ГОСТ 4658;

висмут марки Ви00 по ГОСТ 10928;

стандартный раствор висмута; готовят следующим образом: 0,1000 г висмута растворяют в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Кипятят до удаления окислов азота. Разбавляют водой, количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 мг висмута;

растворы с известным содержанием висмута; готовят следующим образом: в четыре конические колбы вместимостью по 250 см<sup>3</sup> отмеривают 2, 5, 10 и 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора висмута и проводят вместе с пробами через весь ход анализа по п. 4.2. Перед соосаждением висмута с гидроокисью железа в растворы с известным содержанием добавляют 2—3 см<sup>3</sup> раствора железа треххлористого 6-водного. Растворы соответственно содержат 2, 5, 10 и 20 мг/дм<sup>3</sup> висмута.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

#### 4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,2000—0,5000 г, в зависимости от содержания висмута, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Приливают 15—20 см<sup>3</sup> царской водки, выпаривают до малого объема (0,5—1 см<sup>3</sup>). Темные корольки серы обрабатывают при нагревании несколькими каплями азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей. Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности. Колбу и фильтр промывают 3—4 раза горячей водой. В фильтрат, в зависимости от содержания железа в пробе, добавляют 1—2 см<sup>3</sup> раствора треххлористого железа, нагревают до 70—80 °С и соосаждают висмут с гидроокисью железа аммиаком при рН 5—5,5 (по универсальной индикаторной бумаге). Осадок коагулируют на теплом месте, отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают колбу и фильтр 3—4 раза горячей водой. Если в пробе содержится значительное количество меди (о чем можно судить по голубоватой окраске фильтрата), осадок гидроокисей растворяют в разбавленной 1:9 азотной кислоте, доливают водой до 100—120 см<sup>3</sup> и переосаждают висмут, как указано выше.

Промытый осадок смывают в колбу, из которой велось фильтрование, горячей водой и 3 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты. Раствор выпаривают до выделения паров серного ангидрида, охлаждают, приливают 3—5 см<sup>3</sup> бромистоводородной кислоты, выпаривают до густых паров серного ангидрида и полного удаления бромистоводородной кислоты. Если в пробе содержится значительное количество сурьмы, то операцию удаления сурьмы выпариванием с бромистоводородной кислотой повторяют дважды. Охлаждают, обмывают стенки колбы дистиллированной водой и снова выпаривают до полного удаления серной кислоты. Вновь охлаждают, приливают 60—70 см<sup>3</sup> фонового электролита, накрывают колбу часовым стеклом, доводят до кипения, оставляют на теплом месте до полного восстановления железа и обесцвечивания раствора. Охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, этим же фоновым электролитом доводят до метки и перемешивают.

Часть раствора заливают в электролизер и проводят полярографирование висмута на осциллографическом или переменного-токового полярографе при потенциале пика минус 0,12 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Одновременно проводят полярографирование растворов с известным содержанием висмута и контрольных проб.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 4.3. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{H \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 10^6},$$

где  $H$  — высота волны висмута анализируемого раствора за вычетом высоты волны контрольной пробы, мм;

$V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$K$  — среднее значение отношений высот волн, полученных при полярографировании растворов с известным содержанием висмута, к массовой концентрации этих же растворов,  $\frac{\text{мм}}{\text{мг/дм}^3}$ ;

$m$  — масса навески концентрата, г.

4.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (при массовой доле висмута от 0,01 до 0,5 %)

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии висмута 223,1 нм при введении растворов проб и стандартных растворов в окислительное воздушно-ацетиленовое пламя.

Пробы концентрата предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

## 5.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки с источником излучения для висмута: воздух, сжатый под давлением  $5 \cdot 10^5$  —  $6 \cdot 10^5$  Па (5—6 атм);

ацетилен в баллонах;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и раствор с (HCl)=2 моль/дм<sup>3</sup>;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и растворы 1:1, и раствор с (HNO<sub>3</sub>)=1 моль/дм<sup>3</sup>;

висмут марки Ви00 или Ви0 по ГОСТ 10928;

стандартный раствор висмута; готовят следующим образом: навеску висмута массой 0,2000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки раствором азотной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,2 мг висмута.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

## 5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,5000—1,0000 г (в зависимости от содержания висмута), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 15—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и растворяют при слабом нагревании в течение 15—20 мин. Затем приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до 1—2 см<sup>3</sup>. Добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают до состояния влажных солей. Приливают 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> и нагревают 1 мин до температуры, близкой к температуре кипения. После охлаждения раствор переносят вместе с нерастворимым остатком в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Фильтруют через двойной плотный фильтр. В полученном фильтрате измеряют поглощение аналитической линии висмута 223,1 нм.

Массовую долю висмута устанавливают по градуировочному графику.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

5.2.2. Для построения градуировочного графика в восемь мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора, что соответствует 0, 1, 2, 5, 10, 15, 20 и 25 мг/дм<sup>3</sup> висмута. Добавляют по 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют поглощение аналитической линии висмута в условиях, указанных в п. 5.2.1.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю висмута ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{B \cdot V}{m \cdot 10^4},$$

где  $B$  — концентрация висмута в анализируемом растворе пробы, мг/дм<sup>3</sup>;

$V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески концентрата, г.

5.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля висмута	%	
	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 0,01 до 0,03	0,004	0,005
Св. 0,03 » 0,05	0,006	0,008
» 0,05 » 0,1	0,015	0,018
» 0,1 » 0,2	0,02	0,025
» 0,2 » 0,3	0,03	0,035
» 0,3 » 0,4	0,04	0,045
» 0,4 » 0,5	0,05	0,055

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

**Раздел 5. (Введен дополнительно, Изм. № 1).**



**ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

**РАЗРАБОТЧИКИ**

**М.Г. Саюн, В.А. Романенко, Е.В. Лисицына, Р.Д. Коган, Р.А. Пестова**

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.08.78 № 2310**

**3. Стандарт соответствует СТ СЭВ 1154—78 в части фотометрических и атомно-абсорбционного методов**

**4. ВЗАМЕН ГОСТ 14047.4—70**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 84—76	3.1	ГОСТ 5841—74	3.1
ГОСТ 2062—77	4.1	ГОСТ 6344—73	3.1
ГОСТ 3118—77	2.1.1, 3.1, 4.1, 5.1	ГОСТ 8465—79	2.1.1
ГОСТ 3760—79	2.1.1, 4.1	ГОСТ 8864—71	2.1.1
ГОСТ 4147—74	4.1	ГОСТ 10652—73	2.1.1
ГОСТ 4204—77	4.1	ГОСТ 10928—90	2.1.1, 3.1, 4.1, 5.1
ГОСТ 4233—77	4.1	ГОСТ 14047.5—78	1а.1
ГОСТ 4461—77	2.1.1, 3.1, 4.1, 5.1	ГОСТ 22159—76	4.1
ГОСТ 4658—73	4.1	ГОСТ 27329—87	1.1
ГОСТ 5817—77	2.1.1, 3.1		

**6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., июле 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 5—81, 11—84, 10—89)**

Редактор *Т.С. Шеко*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *В.Е. Нестерова*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 22.04.99. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95.  
Тираж 128 экз. С2667 Зак. 1020.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.  
ПЛР № 040138