

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

РЕАКТИВЫ

**ВИСМУТА (III) ОКИСЬ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 5—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

## Реактивы

## ВИСМУТА (III) ОКИСЬ

## Технические условия

Reagents. Bismuth (III) oxide.  
SpecificationsГОСТ  
10216—75\*Взамен  
ГОСТ 10216—62

ОКП 26 1121 0150 02

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 июля 1975 г. № 1960 дата введения установлена

с 01.07.76

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

Настоящий стандарт распространяется на окись висмута (III), представляющую собой порошок лимонно-желтого цвета с различными оттенками, не растворима в воде, растворима в кислотах, светочувствительна.

Формула  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 465,96.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Окись висмута (III) должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По химическим показателям окись висмута (III) должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 1121 0153 10	Чистый для анализа (ч. л. л.) ОКП 26 1121 0152 00	Чистый (ч.) ОКП 26 1121 0151 01
1. Массовая доля окиси висмута (III) ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), %, не менее	99,5	99,5	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,002	0,005	0,010
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,005	0,010	0,020
4. Массовая доля общей серы в пересчете на $\text{SO}_4$ , %, не более	0,001	0,002	0,010
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,001	0,010
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,001	0,005
7. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,001	0,002	0,005

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

\* Переиздание (декабрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1980 г., сентябре 1988 г. (ИУС 10—80, 1—89)

© Издательство стандартов, 1975

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 1121 0153 10	Чистый для анализа (ч. д. а) ОКП 26 1121 0152 00	Чистый (ч.) ОКП 26 1121 0151 01
8. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,001	0,002	0,005
9. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0010	0,0015	0,0030
10. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,001	0,002	0,005
11. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,002	0,003	0,030

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовые доли хлоридов, кальция, магния и натрия изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 280.

3.2. Определение массовой доли окиси висмута (III) проводят по ГОСТ 10398—76 комплексонометрическим методом.

При этом 0,2500—0,2700 г препарата растворяют в стакане вместимостью 50 см<sup>3</sup> в 4 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %; раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определяют по ГОСТ 10398—76.

Массовую долю окиси висмута (III) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,00233 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно c (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

m — масса навески препарата, г;

0,00233 — масса окиси висмута (III), соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно c (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допустимое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,5 % при доверительной вероятности P = 0,95.

3.1а, 3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.3.1. Реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы с массовыми долями 5 и 25 %, готовят по ГОСТ 4517—87;

стакан В (Н) —1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82;

тигель фильтрующий типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1 (З)—100 или мензурка 100 по ГОСТ 1770—74.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 250 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % при нагревании на водяной бане ( в процессе растворения комочки препарата необходимо растереть стеклянной палочкой). Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 5 %, затем 100 см<sup>3</sup> горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

- для препарата химически чистый — 1 мг,
- для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,
- для препарата чистый — 5 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 30$  % доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.3.1. 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4—74 фотометрическим или визуально-колориметрическим методом. При этом 0,250 г препарата помещают в колбу (К—2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82) прибора для определения аммиака дистилляцией, растворяют в 2,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 2,5 % (готовят по ГОСТ 4517—87) и прибавляют 40 см<sup>3</sup> воды. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.4—74, прибавляя 7,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия (вместо 5 см<sup>3</sup>).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса общего азота не будет превышать:

- для препарата химически чистый — 0,013 мг,
- для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,
- для препарата чистый 0,050 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.5. Определение массовой доли общей серы в пересчете на SO<sub>4</sub>.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**3.5.1. *Реактивы, растворы, приборы и посуда:*

азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293—74;  
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дополнительно перегнанная из кварцевого прибора;  
N, N-диметил-*n*-фенилендиамин; раствор готовят следующим образом: 0,93 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 750 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, прибавляют 200 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, доводят объем раствора водой до 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают. Раствор годен в течение 6 месяцев;

Квасцы железозаммонийные, раствор с массовой долей 25 %; готовят следующим образом: 12,5 г продукта растворяют в 20—30 см<sup>3</sup> воды в мерной колбе вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 1,5 см<sup>3</sup> серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают;

- кислота йодистоводородная по ГОСТ 4200—77;
- кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78;
- кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77;
- кислота уксусная особой чистоты по ГОСТ 18270—72;
- медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, х. ч; раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517—87;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77;
- натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200—76;
- пирогаллол А, щелочный раствор, готовят по ГОСТ 4517—87;
- раствор, содержащий SO<sub>4</sub>, готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> SO<sub>4</sub>;

смесь восстановительная; готовят следующим образом: 400 г ( $266 \text{ см}^3$ ) йодистоводородной кислоты, отмеренной цилиндром, помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , прибавляют  $85 \text{ см}^3$  уксусной кислоты, перемешивают, прибавляют 8,6 г фосфорноватистокислого натрия, перемешивают и кипятят с обратным холодильником не менее 1 ч, пропуская через кипящую смесь азот. Затем смесь охлаждают, пропуская азот и хранят в той же колбе, закрытой стеклянной пробкой;

цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823—78, х. ч. раствор с массовой долей 10 %;

колориметр фотоэлектрический марки ФЭК-56 или прибор с аналогичными метрологическими характеристиками по НД в комплекте с кюветами;

колбы 1—50—2, 1—100—2 и 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

колбы КГУ—2—1(2)—1000—29/32 ТХС и КГУ—2—1(2)—50—14(23) по ГОСТ 25336—82;

мензурка 1000 или цилиндр 1(3) —1000 по ГОСТ 1770—74;

пипетки по ГОСТ 29227—91;

прибор для очистки азота от кислорода и сероводорода; состоит из трех последовательно соединенных склянок СПЖ-250. Первую склянку заполняют на  $\frac{1}{3}$  щелочным раствором пирогаллола А; вторую склянку заполняют на  $\frac{1}{3}$  раствором 5-водной сернистой меди; третью склянку заполняют на  $\frac{1}{3}$  водой;

прибор для приготовления восстановительной смеси (черт. 1); состоит из круглодонной колбы с двумя шлифами и обратного холодильника;

прибор для определения общей серы (черт. 2): состоит из реакционной круглодонной колбы 1 с двумя шлифами вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , стеклянного лабораторного холодильника 2 с длиной кожуха 200—300 мм, в верхний конец холодильника вставляют стеклянную трубку диаметром 8 мм, соединенную с промывной колонкой 3; колбы-приемника 4, имеющей метку на  $25 \text{ см}^3$ ; в шлиф на горле колбы-приемника вставлена стеклянная трубка 5;

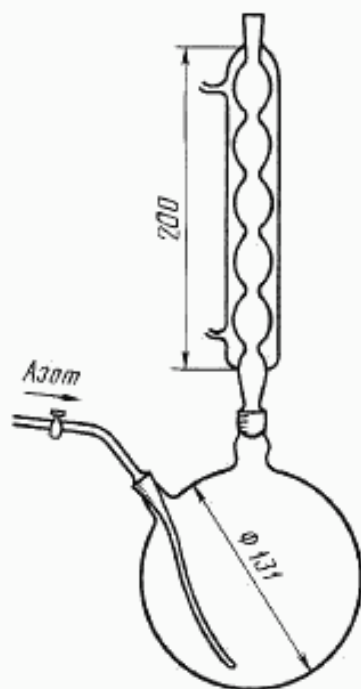
склянка СПЖ-250 по ГОСТ 25336—82;

секундомер;

холодильник ХШ—1 (2)—200—19/26 ХС и ХПТ—1—(2)—200 (300) —14/23 ХС по ГОСТ 25336—82;

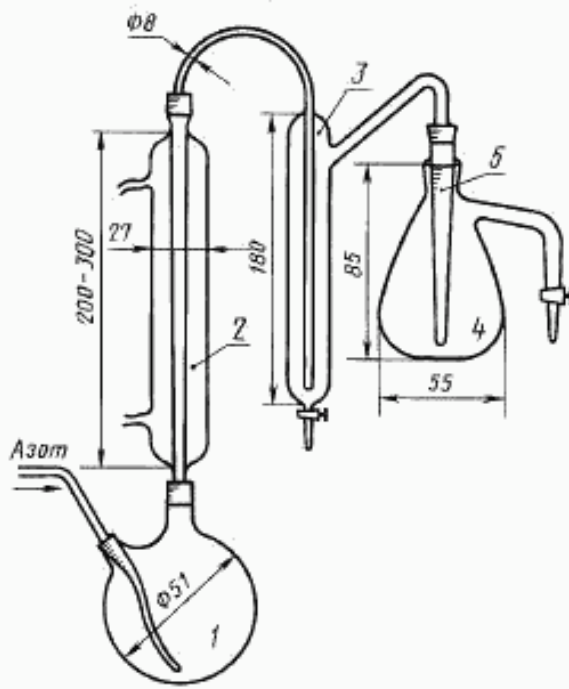
цилиндры 4—25 и 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

Прибор для приготовления  
восстановительной смеси



Черт. 1

Прибор для  
определения серы



Черт. 2

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 3.5.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения. Для этого в реакционную колбу 1 прибора для определения общей серы попеременно помещают 2,0 см<sup>3</sup> воды, содержащей: 0,000; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030 мг SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, и цилиндром 15 см<sup>3</sup> восстановительной смеси.

В промывную колонку 3 наливают 15 см<sup>3</sup> воды. В колбу-приемник 4 помещают 2,0 см<sup>3</sup> 2-водного уксуснокислого цинка и 15 см<sup>3</sup> воды. Через весь прибор пропускают азот в течение 10 мин со скоростью 2 пузырька в секунду. Смесь в реакционной колбе 1 нагревают до кипения на электроплитке и кипятят в течение 5 мин также в токе азота. Затем отставляют электроплитку и пропускают азот еще 10 мин с повышенной скоростью — 3 пузырька в секунду. Колбу-приемник 4 вместе с трубкой 5, погруженной в раствор, отсоединяют от прибора. Прибавляют к раствору пипетками 2,5 см<sup>3</sup> раствора N, N-диметил-*n*-фенилендиамина перемешивают, 0,5 см<sup>3</sup> раствора железоаммонийных квасцов, энергично перемешивают раствор в течение 2 мин, переносят в цилиндр вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до 25 см<sup>3</sup>, и оставляют на 20 мин в темном месте.

Измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к воде на фотоэлектроколориметре при длине волны  $\lambda = 630\text{--}680$  нм в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Из оптической плотности растворов сравнения вычитают оптическую плотность контрольного раствора, не содержащего SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения оптической плотности, а на оси абсцисс — массу сульфатов в миллиграммах.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 3.5.3. Проведение анализа

1,00 г препарата квалификации х. ч. и ч. д. а. или 0,10 г квалификации ч. помещают в реакционную колбу 1 прибора для определения общей серы, прибавляют 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 15 см<sup>3</sup> восстановительной смеси и далее определение проводят так же, как при построении градуировочного графика.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт без добавления анализируемого продукта.

Из оптической плотности анализируемого раствора вычитают оптическую плотность контрольного раствора.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу сульфатов в анализируемом препарате.

Препарата считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

- для препарата квалификации химически чистый — 0,01 мг SO<sub>4</sub>;
- для препарата квалификации чистый для анализа — 0,02 мг SO<sub>4</sub>;
- для препарата квалификации чистый — 0,01 мг SO<sub>4</sub>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 25$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли общей серы определение заканчивают фотометрическим методом.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

## 3.6. Определение массовой доли хлоридов

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 3.6.1. Посуда, реактивы и растворы

- Колба Кн—2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336—82;
- пипетки по ГОСТ 29227—91;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
- кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., растворы с массовой долей 1 % и 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 25794.3—83;

раствор, содержащий  $\text{Cl}$ , готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие  $0,01 \text{ мг/см}^3 \text{ Cl}$ .

### 3.6.2. Проведение анализа

$0,50 \text{ г}$  препарата помещают в коническую колбу, прибавляют пипеткой  $18 \text{ см}^3$  раствора азотной кислоты с массовой долей  $25 \%$  и перемешивают до растворения препарата. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый раствором азотной кислоты с массовой долей  $1 \%$ , затем фильтр промывают  $2 \text{ см}^3$  раствора азотной кислоты с массовой долей  $25 \%$  (взятого пипеткой), присоединяя фильтрат к анализируемому раствору. Прибавляют пипеткой  $1,0 \text{ см}^3$  раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через  $10 \text{ мин}$  на темном фоне (выдерживают в темноте) опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата квалификации химически чистый —  $0,005 \text{ мг Cl}$ ,

для препарата квалификации чистый для анализа —  $0,005 \text{ мг Cl}$ ,

для препарата квалификации чистый —  $0,050 \text{ мг Cl}$ ,

$2 \text{ см}^3$  раствора азотной кислоты с массовой долей  $25 \%$  и  $1 \text{ см}^3$  раствора азотнокислого серебра.

При необходимости вводят поправку на массу хлоридов в применяемом для растворения объеме азотной кислоты ( $20 \text{ см}^3$ ).

### 3.6.1, 3.6.2. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

3.7. Определение массовой доли железа, кальция, магния, меди, натрия и свинца

#### 3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

спектрограф типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

генератор дуги переменного тока типа ДГ-1 или ДГ-2;

микрофотометр типа МФ-2 или МФ-4;

спектропроектор типа ПС-18.

Допускается применение другой аппаратуры с аналогичными метрологическими характеристиками;

пипетки по ГОСТ 29227—91;

чашки из платины по ГОСТ 6563—75 или чаши кварцевые по ГОСТ 19908—90;

лампа инфракрасная;

угли графитированные для спектрального анализа ос. ч.

(электроды угольные); верхний электрод диаметром  $6 \text{ мм}$  заточен на конус, нижний электрод диаметром  $6 \text{ мм}$  — с цилиндрическим каналом диаметром  $3,2 \text{ мм}$  и глубиной  $7 \text{ мм}$ ;

фотопластинки «панхром» или «изохром» светочувствительностью  $32\text{—}45 \text{ ед.}$  или другой марки, обеспечивающие нормальное почернение аналитических линий и фона;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74;

метол-(4-метил-амино)фенол сульфат) по ГОСТ 25664—83;

натрий сульфит 7-водный;

натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или

натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76;

висмут азотнокислый 5-водный по ГОСТ 4110—75 или висмута (III) окись (х. ч.) по настоящему стандарту проверенные на отсутствие определяемых элементов в условиях данной методики, при наличии примесей их определяют методом добавок и учитывают при построении градуировочного графика;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., раствор с массовой долей  $25 \%$ , готовят по ГОСТ 4517—87;

растворы, содержащие  $\text{Fe}$ ,  $\text{Ca}$ ,  $\text{Mg}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Na}$  и  $\text{Pb}$ , готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие  $0,1 \text{ мг/см}^3 \text{ Fe}$ ,  $\text{Ca}$ ,  $\text{Mg}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Na}$  и  $\text{Pb}$ ;

проявитель метолгидрохиноновый готовят следующим образом:

раствор А —  $2 \text{ г}$  метола,  $10 \text{ г}$  гидрохинона и  $104 \text{ г}$  7-водного сульфата натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до  $1 \text{ дм}^3$ , перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

раствор Б — 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup> перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;

фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом:

500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

### 3.7.2. Подготовка образцов сравнения

Для приготовления каждого образца 20,82 г 5-водного азотнокислого висмута (соответствуют 20 г окиси висмута (III)) или 20,00 г окиси висмута (III), не содержащих определяемых элементов, помещают в платиновую или кварцевую чашку; при применении 5-водного азотнокислого висмута навеску прокаливают на электроплитке до полного удаления окислов азота.

Затем прибавляют массы определяемых элементов (в виде растворов, содержащих 0,1 мг/см<sup>3</sup>), указанные в табл. 2, и высушивают под инфракрасной лампой. Полученный порошок прокаливают в муфельной печи при 450—500 °С в течение 3 мин, охлаждают и растирают агатовым пестиком в течение 3 ч. Чтобы проверить гомогенность образцов, делают по 20 определений для каждого образца в условиях данной методики.

Таблица 2

Номер образца	Масса примесей в образцах, мг						Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %					
	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb
1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,001
2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,4	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,002
3	1,0	0,4	0,4	0,3	0,4	0,6	0,005	0,002	0,002	0,0015	0,002	0,003
4	2,0	1,0	1,0	0,6	1,0	6,0	0,010	0,005	0,005	0,0030	0,005	0,03

3.7.1, 3.7.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 3.7.3. Условия съемки спектрограммы

Анализ проводят в активизированной дуге переменного тока.

Сила тока, А	5±0,5
Напряжение, В	220—200
Ширина щели, мм	0,01
Дуговой промежуток, мм	2
Экспозиция, с	40.

Перед съемкой угольные электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока в течение 15—20 с при силе тока 10 А и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах определяемых элементов.

### 3.7.4. Проведение анализа

После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода вносят 0,15 г предварительно растертой анализируемой пробы, зажигают дугу и снимают спектрограмму. Так же поступают с образцами сравнения. Спектры анализируемого препарата и образцов сравнения снимают на одной фотопленке 2—3 раза.

### 3.7.5. Обработка спектрограммы и результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе.

Сухую фотопластинку фотометрируют на микрофотометре, пользуясь логарифмической шкалой, и измеряют почернение линий определяемых элементов  $S_{np}$  (по подходящей степени ослабления) и соседнего фона  $S_{ф}$ . Аналитические линии, нм:

Fe — 302,06,
Ca — 422,67,
Mg — 279,55,
Cu — 324,75,
Na — 330,23; 588,99; 589,59,
Pb — 283,31.



Находят среднее арифметическое значений разности почернения  $\Delta S = S_{пр} - S_{ф}$  для каждой примеси в образцах сравнения. Строят градуировочный график для каждого определяемого элемента по средним значениям  $\Delta S$ , откладывая на оси абсцисс логарифмы массовой доли примеси в образце сравнения, а на оси ординат — разность почернений  $\Delta S$ . Массовую долю примеси в анализируемом образце находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 25$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускается проводить анализ сравнением разности почернений  $\Delta S$  для анализируемого образца с разностью почернений для образца сравнения с соответствующими значениями примесей, указанными в табл. 1.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если разность почернений аналитических спектральных линий соответствующих примесей и соседнего фона ( $\Delta S$ ) для анализируемой пробы не будет превышать разности почернений для соответствующих образцов.

3.7.4, 3.7.5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2т—1, 2т—2, 2т—4, 2т—9, 6—1, обернутые в светонепроницаемую бумагу, П—2, П—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII (до 50 кг).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

#### 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие окиси висмута (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Окись висмута (III) токсична. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны составляет 0,5 мг/м<sup>3</sup> (2-й класс опасности, вещество высокоопасное).

6.2. Продукт негорюч, невзрывоопасен.

6.3. Работу с веществом необходимо проводить при действующей приточно-вытяжной вентиляции. В местах небольшого пыления устанавливают местные отсосы. Анализ продукта в лаборатории проводят под тягой.

6.4. При работе с продуктом используют средства индивидуальной защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами.

Разд. 6. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

Редактор *Р.Г. Говердовская*  
Технический редактор *В.И. Прусакова*  
Корректор *Н.И. Гавришук*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.12.98. Подписано в печать 08.02.99. Усл. печ. л. 1,40.  
Уч. изд. л. 1,05. Тираж 125 экз. С1880. Зак. 95.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.  
Пар № 080102