



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

**ВИСМУТ (III) АЗОТНОКИСЛЫЙ
5-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4110—75

Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г. В. Грязнов, В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг, Е. Н. Яковлева, Л. В. Кидиярова, И. В. Жарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 07.08.75 № 2093

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4110—62

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|--|----------------------------|--|----------------------------|
| ГОСТ 12.1.005—88 | 6.1 | ГОСТ 9147—80 | 3.4 |
| ГОСТ 83—79 | 3.4, 3.6.1 | ГОСТ 10216—75 | 3.6.1 |
| ГОСТ 84—76 | 3.6.1 | ГОСТ 10398—76 | 3.2 |
| ГОСТ 1770—74 | 3.3.1 | ГОСТ 10671.5—74 | 3.4 |
| ГОСТ 3118—77 | 3.4 | ГОСТ 10671.7—74 | 3.5 |
| ГОСТ 3773—72 | 3.6.1 | ГОСТ 19433—88 | 4.1 |
| ГОСТ 3885—73 | 2.1, 3.1, 4.1 | ГОСТ 19627—74 | 3.6.1 |
| ГОСТ 4160—74 | 3.6.1 | ГОСТ 19908—90 | 3.4, 3.6.1 |
| ГОСТ 4212—76 | 3.6.1 | ГОСТ 25336—82 | 3.3.1, 3.4 |
| ГОСТ 4461—77 | 3.3.1 | ГОСТ 25664—83 | 3.6.1 |
| ГОСТ 4517—87 | 3.3.1 | ГОСТ 27025—86 | 3.1а |
| ГОСТ 6563—75 | 3.6.1 | ГОСТ 27068—86 | 3.6.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 3.3.1, 3.6.1 | ГОСТ 29227—91 | 3.6.1 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1980 г., сентябре 1990 г. (ИУС 6—80, 12—90)

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *А. Г. Хоменко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.06.98. Подписано в печать 16.07.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,69.
Тираж 157 экз. С/Д 5949. Зак. 628.

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

Реактивы

ВИСМУТ (III) АЗОТНОКИСЛЫЙ 5-ВОДНЫЙ

ГОСТ

Технические условия

4110—75

Reagents. Bismuth (III) nitrate pentahydrate.
Specifications

ОКП 26 2424 0010 02

Дата введения 01.07.76

Настоящий стандарт распространяется на 5-водный азотнокислый висмут (III), который представляет собой прозрачные бесцветные кристаллы в массе белого цвета; растворим в кислотах, водой разлагается с образованием основной соли, светочувствителен; при температуре выше 26 °С выветривается, теряя воду и азотную кислоту.

Формула $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 485,07.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. 5-водный азотнокислый висмут (III) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По физико-химическим показателям 5-водный азотнокислый висмут (III) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

| Наименование показателя | Норма | |
|--|--|------------------------------------|
| | Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2424 0012 00 | Чистый (ч.) ОКП 26 2424 0011 01 |
| 1. Массовая доля 5-водного азотнокислого висмута (III) ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), %, не менее | 99,5 | 98,0 |
| 2. Массовая доля не растворимых в азотной кислоте веществ, %, не более | 0,002 | 0,005 |
| 3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более | 0,005 | 0,03 |
| 4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более | 0,001 | 0,005 |
| 5. Массовая доля железа (Fe), %, не более | 0,001 | 0,002 |
| 6. Массовая доля меди (Cu), %, не более | 0,0005 | 0,0015 |
| 7. Массовая доля свинца (Pb), %, не более | 0,005 | 0,020 |
| 8. Массовая доля магния (Mg), %, не более | 0,0005 | 0,0010 |
| 9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более | 0,0005 | 0,0010 |
| 10. Массовая доля натрия (Na), %, не более | 0,0005 | 0,0015 |

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю 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.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г-М.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 250 г.

3.2. Определение массовой доли 5-водного азотнокислого висмута (III)

Определение проводят по ГОСТ 10398. При этом около 0,5500 г препарата помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят по ГОСТ 10398.

Массовую долю 5-водного азотнокислого висмута (III) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,00485 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора ди- Na -ЭДТА концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г;

0,00485 — масса 5-водного азотнокислого висмута (III), соответствующая 1 см³ раствора ди- Na -ЭДТА концентрации точно 0,01 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

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

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в азотной кислоте веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336;

стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—100 или мензурка 100 по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 75 см³ раствора азотной кислоты. Раствор нагревают в течение 20 мин на водяной бане и 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 см³ раствора азотной кислоты, затем 100 см³ 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 чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 45\%$ для препарата «чистый для анализа» и $\pm 30\%$ для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.1—3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

При этом 3,00 г препарата помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 250 см³ с меткой на 150 см³, прибавляют 5 см³ горячей соляной кислоты (ГОСТ 3118), доводят объем раствора водой до 100 см³, нейтрализуют при перемешивании по лакмусовой бумаге, затем объем раствора доводят водой до метки и фильтруют.

50 см³ полученного фильтрата (соответствуют 1 г препарата) для препарата «чистый для анализа» или 15 см³ фильтрата (соответствуют 0,3 г препарата) для препарата «чистый» помещают в фарфоровую (ГОСТ 9147) или кварцевую (ГОСТ 19908) чашку, прибавляют 0,5 г углекислого натрия (ГОСТ 83), выпаривают раствор досуха, затем осторожно прокалывают в муфельной печи при 500—600 °С до прекращения выделения паров. К остатку прибавляют 15 см³ горячей воды, нейтрализуют по *n*-нитрофенолу раствором соляной кислоты с массовой долей 10 %, фильтруют, доводят объем раствора водой до 25 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5.

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

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,

для препарата чистый — 0,09 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ 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 %. Объем раствора доводят водой до 25 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7 в объеме 26 см³.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Cl,

для препарата чистый — 0,050 мг Cl, 2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 1 см³ раствора азотно-кислого серебра.

При необходимости вводят поправку на содержание хлоридов в применяемом для растворения объеме азотной кислоты.

3.6. Определение массовой доли железа, кальция, магния, свинца, натрия

3.6.1. 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;

лампа инфракрасная;

угли графитированные для спектрального анализа ос.ч. 7—3 (электроды угольные); верхний электрод диаметром 6 мм заточен на конус, нижний электрод диаметром 6 мм с цилиндрическим каналом диаметром 3,2 мм и глубиной 7 мм;

конденсор кварцевый (фокусное расстояние 160 мм);

С. 4 ГОСТ 4110—75

фотопластинки «панхром» или «изохром», светочувствительностью 32—45 ед.;
 пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5 по ГОСТ 29227;
 чаша кварцевая 100 по ГОСТ 19908 или чашка платиновая № 118—4 по ГОСТ 6563;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
 аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
 гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627;
 калий бромистый по ГОСТ 4160;
 метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664;
 натрий сульфит 7-водный;
 натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068;
 натрий углекислый по ГОСТ 83 или
 натрий улекислый 10-водный по ГОСТ 84;

висмута (III) окись по ГОСТ 10216, проверенная на отсутствие определяемых элементов в условиях данной методики; при наличии примесей их определяют методом добавок и учитывают при построении градуировочного графика;

растворы, содержащие определяемые элементы; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации 0,1 мг/см³ Fe, Ca, Mg, Cu и Na;

проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, 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 дм³, 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 серноватистоокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

3.6.2. Подготовка анализируемой пробы

5,00 г препарата помещают в платиновую чашку, нагревают на плитке до удаления оксидов азота, затем прокалывают при 450—500 °С до перехода в окись, охлаждают и растирают агатовым пестиком до получения однородной массы.

3.6.3. Приготовление образцов сравнения, содержащих примесь определяемых элементов

Для приготовления каждого образца сравнения 9,50 г окиси висмута (III), не содержащей определяемых элементов, помещают в платиновую чашку или кварцевую чашу. Затем прибавляют указанные в табл. 2 массы определяемых элементов (в виде растворов массовой концентрации 0,1 и 1 мг/см³) и высушивают под инфракрасной лампой. Полученный порошок прокалывают в муфельной печи при 450—500 °С в течение 3 мин, охлаждают и растирают агатовым пестиком в течение 3 ч. Для проверки гомогенности образцов сравнения проводят по 20 определений для каждого образца сравнения в условиях данной методики.

Т а б л и ц а 2

| Номер образца сравнения | Масса примеси в образцах сравнения, мг | | | | | | Массовая доля примеси в образцах сравнения, % | | | | | |
|-------------------------|--|-----|-----|-----|-----|-----|---|--------|--------|--------|--------|-------|
| | Fe | Ca | Mg | Cu | Na | Pb | Fe | Ca | Mg | Cu | Na | Pb |
| 1 | 0,2 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 1,0 | 0,001 | 0,0005 | 0,0005 | 0,0005 | 0,0005 | 0,005 |
| 2 | 0,4 | 0,2 | 0,2 | 0,3 | 0,3 | 4,0 | 0,002 | 0,0010 | 0,0010 | 0,0015 | 0,0015 | 0,020 |
| 3 | 0,6 | 0,4 | 0,4 | 0,5 | 0,5 | 5,0 | 0,003 | 0,0020 | 0,0020 | 0,0025 | 0,0025 | 0,025 |

3.6.4. Рекомендуемые условия съемки спектрограммы

| | |
|----------------------------------|---------|
| Напряжение, В | 220—200 |
| Сила тока, А | 5 ± 0,5 |
| 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.

3.6.5. Проведение анализа

После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода вносят 0,15 г анализируемой пробы, зажигают дугу и снимают спектрограмму. Также поступают с образцами сравнения, содержащими примесь определяемых элементов. Спектры анализируемого препарата и образцов сравнения снимают на одной фотопластинке 2—3 раза.

3.6.6. Обработка спектрограммы и результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий, измеряя почернение линий каждой примеси и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой (нм);

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

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS :

$$\Delta S = S_{x+\phi} - S_{\phi},$$

где $S_{x+\phi}$ — почернение линии примеси + фона;

S_{ϕ} — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого элемента. По значениям $\Delta S'$ образцов сравнения каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс логарифмы концентраций, по оси ординат — среднее арифметическое значение разности почернений ($\Delta S'$).

Массовую долю каждой примеси в препарате 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 ± 30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.5—3.6.6. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4, 2-9, 6-1 (обернутые светонепроницаемой бумагой), 11-2, 11-6.

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

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112) и серийный номер ООН 1477.

(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 неотапливаемых помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 5-водного азотнокислого висмута (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

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

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 5-водный азотнокислый висмут (III) по степени воздействия на организм относится к высокоопасным веществам (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005). Вызывает изменение в центральной нервной системе, печени, крови, раздражает кожу.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны — 0,5 мг/м³.

6.2. При работе с препаратом необходимо применять средства индивидуальной защиты.

6.3. Помещения, в которых проводится работа с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата проводят в вытяжном шкафу. В местах наибольшего пыления необходимо предусмотреть местные отсосы.

Раздел 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**