

## СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

## Методы определения висмута

ГОСТ  
24018.4—80Nickel — based fireresistant alloys.  
Methods for the determination of bismuthМКС 77.120.40  
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения висмута (при массовых долях от 0,0005 % до 0,010 %) и непламенный атомно-абсорбционный метод определения висмута (при массовых долях от 0,0002 % до 0,01 %).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 24018.0.

## А. Фотометрический метод определения висмута

## Сущность метода

Метод основан на образовании в среде серной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> окрашенного в желтый цвет комплексного соединения висмута с йодистым калием состава К (BiI<sub>4</sub>). Висмут предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде сульфида тиацетамидом в аммиачном растворе (рН 7,5) в присутствии винной кислоты в качестве комплексообразующего вещества.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

рН-метр.

Термометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Смесь соляной и азотной кислот: к 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты добавляют 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты, перемешивают; и разбавленная 1:1, готовят непосредственно перед использованием.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ГОСТ 14262.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ГОСТ 24147 и разбавленный 1:200.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой концентрацией 50 г/см<sup>3</sup>, (г/дм<sup>3</sup>).

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478, раствор с массовой концентрацией 25 г/см<sup>3</sup>, (г/дм<sup>3</sup>).

Серебро азотнокислородное по ГОСТ 1277, раствор с массовой концентрацией 0,1 г/см<sup>3</sup>, (г/дм<sup>3</sup>).

Тиацетамид, водный раствор с массовой концентрацией 2 г/см<sup>3</sup>, (г/дм<sup>3</sup>).

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329, раствор с массовой концентрацией 1 г/см<sup>3</sup>, (г/дм<sup>3</sup>).

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой концентрацией 10 г/см<sup>3</sup>, (г/дм<sup>3</sup>).

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор с массовой концентрацией 2 г/см<sup>3</sup>, (г/дм<sup>3</sup>).

Универсальная индикаторная бумага, рН 1—10.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Никелевый порошок по ГОСТ 9722.

Медь марки М006к по ГОСТ 859.

Медь азотнокислая, раствор с массовой концентрацией 1 г/см<sup>3</sup>, (г/дм<sup>3</sup>):

1 г металлической меди растворяют при нагревании в 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Висмут марок Ви0; Ви00; Ви000; Ви0000 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута.

Раствор А: 0,1 г висмута растворяют в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) при нагревании, охлаждают, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, выпаривают до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б содержит 0,00001 г висмута.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески сплава: 1 г при массовой доле висмута от 0,0005 % до 0,005 %; 0,5 г при массовой доле висмута свыше 0,005 % до 0,010 % помещают в стакан (или колбу) вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до объема приблизительно 10 см<sup>3</sup>. Добавляют 30 см<sup>3</sup> воды, 15—20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислой меди и нагревают в течение 5 мин. Раствор охлаждают, приливают 20—25 см<sup>3</sup> раствора аммиака и снова нагревают в течение 5—8 мин. Устанавливают рН 7,5 раствором соляной кислоты (1:1), используя рН-метр. Разбавляют раствор водой до приблизительно 150 см<sup>3</sup>, нагревают до 85 °С — 90 °С, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора тиацетамида и выдерживают 10 мин при этой же температуре. Вновь приливают 10 см<sup>3</sup> раствора тиацетамида, оставляют раствор с осадком на 2 ч при 40 °С — 50 °С и охлаждают. Осадок сульфидов отфильтровывают на два фильтра средней плотности (белая лента), промывают 7—8 раз холодной водой. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют 40—50 см<sup>3</sup> (порциями по 10 см<sup>3</sup>) горячей смеси соляной и азотной кислот (1:1) и промывают фильтр 2—3 раза горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение.

К полученному раствору прибавляют 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Соли растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 10 см<sup>3</sup> раствора надсернического аммония, нагревают в течение 3—5 мин, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора алюмокалиевых квасцов и раствор аммиака до слабого запаха. Содержимое стакана нагревают в течение 3—5 мин, осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности (белая лента) и промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака (1:200). Фильтрат отбрасывают. Осадок растворяют в 30 см<sup>3</sup> горячей смеси соляной и азотной кислот (1:1), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Затем приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки стакана водой, снова выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Соли растворяют в 10—15 см<sup>3</sup> воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 30—35 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия и перемешивают. Раствор оставляют на 2—3 мин, добавляют 2,5 см<sup>3</sup> раствора тиомочевны порциями в 2—3 приема для восстановления свободного йода, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при  $\lambda_{\max} = 337$  нм или на фотозлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 430 до 480 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Содержание висмута находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

#### 3.2. Построение градуировочного графика

В пять стаканов (или колб) вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> помещают по 0,5 г металлического никеля или никелевого порошка. В четыре стакана (или колбы) приливают последовательно 0,5; 1,0; 3,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б висмута. Пятый стакан (или колба) служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы добавляют по 30 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот. Далее

поступают как указано в п. 3.1, из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график.

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 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 не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### Б. Нефламенный атомно-абсорбционный метод определения висмута

##### Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения излучения свободными атомами висмута при длине волны 223,1 или 306,8 нм, образующимися при введении анализируемого раствора в электротермический атомизатор. Висмут предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в аммиачном растворе (рН 7,5) в присутствии винной кислоты в качестве комплексообразующего вещества и сульфида меди в качестве коллектора.

#### 5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с электротермическим атомизатором.

Лампа для определения висмута.

Аргон высокой чистоты по ГОСТ 10157 или смесь аргона с 5 % водорода.

рН-метр.

Термометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Смесь соляной и азотной кислот: к 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты добавляют 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты, перемешивают; и разбавленная 1:1. Смесь кислот готовят непосредственно перед использованием.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Тиоацетамид, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Медь марки М00бк по ГОСТ 859.

Медь азотнокислая, раствор 0,01 г/см<sup>3</sup> 1 г металлической меди растворяют при нагревании в 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1).

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Никелевый порошок по ГОСТ 9722.

Висмут марок Ви0, Ви00, Ви000, Ви0000 по ГОСТ 10928.

Стандартные растворы висмута:

Раствор А: 0,1 г висмута растворяют в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты при нагревании, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора А содержит 0,0001 г висмута.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б содержит 0,00001 г висмута.

Раствор В: 10 см<sup>3</sup> раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед использованием.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора В содержит 0,000001 г висмута.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Навеску сплава массой (табл. 1) помещают в стакан или колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 20—30 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при нагревании.

| Массовая доля висмута, %  | Масса навески, г |
|---------------------------|------------------|
| От 0,0002 до 0,002 включ. | 0,5              |
| Св. 0,002 * 0,005 *       | 0,2              |
| * 0,005 * 0,01 *          | 0,1              |

Раствор выпаривают до объема приблизительно 10 см<sup>3</sup>. Добавляют 30 см<sup>3</sup> воды, 15—20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислой меди и нагревают в течение 10 мин.

Раствор охлаждают, добавляют 20—25 см<sup>3</sup> аммиака и снова нагревают в течение 5—8 мин. Устанавливают рН 7,5 раствором соляной кислоты (1:1), используя рН-метр. Рас-

твор разбавляют водой до объема приблизительно 150 см<sup>3</sup>, нагревают до 85 °С — 90 °С, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора тиацетамида, выдерживают 10 мин при этой же температуре. Вновь приливают 10 см<sup>3</sup> раствора тиацетамида, оставляют раствор с осадком на 2 ч при 40 °С — 50 °С и охлаждают.

Осадок сульфидов отфильтровывают на два фильтра средней плотности (белая лента), промывают 7—8 раз холодной водой. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют в 40—50 см<sup>3</sup> (порциями по 10 см<sup>3</sup>) горячей смеси соляной и азотной кислот, разбавленной (1:1) и промывают фильтр 2—3 раза горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан (или колбу), где производилось осаждение. Раствор выпаривают досуха, соли растворяют в 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и снова выпаривают досуха. Соли растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании, накрывая стакан или колбу стеклом, охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают.

Отбирают микропипеткой аликвотную часть раствора, равную 20 мкдм<sup>3</sup>, вводят в электротермический атомизатор и фиксируют величину поглощения излучения с помощью регистрирующего устройства. Для измерения отбирают не менее трех аликвотных частей раствора.

Массу висмута находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

### 6.2. Подготовка прибора к измерению

Включение прибора, настройку спектрофотометра на резонансное излучение, регулировку блока управления, блока атомизации проводят согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Условия определения висмута:

- аналитическая линия ( $\lambda$ ) — 223,1 нм,  
— 306,8 нм;
- спектральная ширина щели — 0,2 нм;
- время высушивания при 100 °С — 10 с;
- время разложения при 560 °С — 15 с;
- время атомизации при 1930 °С — 10 с.

Определение висмута проводят в полном потоке инертного газа с отключением его на стадии атомизации.

### 6.3. Построение градуировочного графика

В семь стаканов (или колб) вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> помещают навески металлического никеля или никелевого порошка в соответствии с табл. 1.

В шесть стаканов (или колб) приливают последовательно 1, 2, 4, 6, 8, 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора В висмута. Седьмой стакан (или колба) служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы приливают по 20—30 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот, накрывают часовыми стеклами и растворяют навески при нагревании. Растворы выпаривают до объема приблизительно 10 см<sup>3</sup>, добавляют по 30 см<sup>3</sup> воды, по 20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты и нагревают в течение 10 мин. Далее поступают, как указано в пп. 5.3.1 и 5.3.2.

Из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам висмута строят градуировочный график.

## 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. 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.

7.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) допускаемых значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля висмута, %   | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|----------------------------|---------------------------------------|
| От 0,0002 до 0,0005 включ. | 0,0002                                |
| Св. 0,0005 » 0,001 »       | 0,0005                                |
| » 0,001 » 0,002 »          | 0,001                                 |
| » 0,002 » 0,005 »          | 0,002                                 |
| » 0,005 » 0,01 »           | 0,003                                 |

Раздел Б. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.80 № 958
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД,<br>на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта | Обозначение НТД,<br>на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|--|-------------------------|--|-------------------------|
| ГОСТ 849—97                                | 2, 5                    | ГОСТ 6344—73                               | 2                       |
| ГОСТ 859—2001                              | 2, 5                    | ГОСТ 9722—97                               | 2, 5                    |
| ГОСТ 1277—75                               | 2                       | ГОСТ 10157—79                              | 5                       |
| ГОСТ 3118—77                               | 2, 5                    | ГОСТ 10928—90                              | 2, 5                    |
| ГОСТ 3760—79                               | 2, 5                    | ГОСТ 11125—84                              | 2, 5.2                  |
| ГОСТ 4204—77                               | 2                       | ГОСТ 14261—77                              | 2, 5.2                  |
| ГОСТ 4232—74                               | 2                       | ГОСТ 14262—78                              | 2                       |
| ГОСТ 4329—77                               | 2                       | ГОСТ 20478—75                              | 2                       |
| ГОСТ 4461—77                               | 2, 5                    | ГОСТ 24018.0—90                            | 1.1                     |
| ГОСТ 5817—77                               | 2, 5                    | ГОСТ 24147—80                              | 2                       |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)
6. ИЗДАНИЕ (август 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., декабре 1990 г. (ИУС 4—86, 3—91)