



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР**

---

**РЕАКТИВЫ**

**ВИСМУТА (III) ОКИСЬ**

**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**

**ГОСТ 10216—75**

**Издание официальное**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ**

**Москва**

Реактивы  
ВИСМУТА (III) ОКИСЬ

ГОСТ  
10216-75\*

## Технические условия

Reagents Bismuth (III) oxide  
Specifications

Взамен  
ГОСТ 10216-62

ОКП 26 1121 0150 02

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 июля 1975 г. № 1960 срок действия установлен

с 01.07. 1976 г.

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен

до 01.07. 1989 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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

Формула  $Bi_2O_3$

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

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

Таблица 1

Наименования показателей	Нормы		
	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
1 Окись висмута (III) ( $Bi_2O_3$ ), %, не менее	99,5	99,5	99,0
2 Нерастворимые в соляной кислоте вещества, %, не более	0,002	0,005	0,010

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Переиздание март 1981 г. с Изменением № 1,  
утвержденным 26 июня 1980 г., Пост. № 4089, 06 08 80 (ИУС 10-80)

© Издательство стандартов, 1981

Наименования показателей	Н о р м ы		
	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
3. Общий азот (N) — массовая доля (из нитратов, нитритов и аммиака), %, не более	0,005	0,010	0,020
4. Общая сера в пересчете на SO <sub>4</sub> .	0,001	0,002	0,010
5. Хлориды (Cl), %, не более	0,001	0,001	0,010
6. Железо (Fe), %, не более	0,0010	0,0010	0,0050
7. Кальций (Ca), %, не более	0,001	0,002	0,005
8. Магний (Mg), %, не более	0,001	0,002	0,005
9. Медь (Cu), %, не более	0,0010	0,0015	0,0030
10. Натрий (Na), %, не более	0,001	0,002	0,005
11. Свинец (Pb), %, не более	0,002	0,003	0,030

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 250 г.

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

При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: около 0,25—0,27 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в стакане вместимостью 50 см<sup>3</sup> в 4 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора азотной кислоты, 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.

Содержание 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 точно 0,01 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески препарата, г;  
 0,00233 — количество окиси висмута (III), соответствующее 1 см<sup>3</sup> точно 0,01 М раствора трилона Б, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.3.1. *Применяемые реактивы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;  
 кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 5 и 25%-ные растворы;  
 тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.3.2. *Проведение анализа*

50 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют в 100 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора соляной кислоты 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 кипящей водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> 5%-ного раствора соляной кислоты, затем 100 см<sup>3</sup> горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C 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.

3.4. Определение массовой доли примеси общего азота (из нитратов, нитритов и аммиака) проводят по ГОСТ 10671.4—74 фотометрическим или визуально-колориметрическим методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 0,25 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в колбу прибора для дистилляции, растворяют в 2,5 см<sup>3</sup> 2,5%-ного раствора соляной кислоты, прибавляют 40 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят по ГОСТ 10671.4—74, прибавляя 7,5 см<sup>3</sup> раствора едкого натра (вместо 5 см<sup>3</sup>).



Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если общее содержание 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.

3.5. Определение массовой доли общей серы в пересчете на  $\text{SO}_4$ .

3.5.1. Реактивы, растворы и приборы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная из кварцевого дистиллятора.

Диметил-пара-фенилендиамин; раствор готовят следующим образом:

0,93 г диметил-пара-фенилендиамина растворяют в 750 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 200 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают. Раствор годен в течение 6 месяцев.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, 25%-ный раствор; готовят следующим образом: 12,5 г железоаммонийных квасцов растворяют в 20—30 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1,5 см<sup>3</sup> серной кислоты, доводят объем раствора водой до 50 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Кислота йодистоводородная по ГОСТ 4200—77, очищенная. Очистку проводят следующим образом: в кислоту добавляют медные стружки (из расчета 5 г на 100 см<sup>3</sup> кислоты), выдерживают в течение 2—3 ч до полного связывания йода (кислота становится светло-желтого цвета), затем кислоту перегоняют, добавив в куб перегонного аппарата красный фосфор (1 г фосфора на 1 дм<sup>3</sup> кислоты); собирают отгон, кипящий при 126—126,5°C.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78, ос. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270—72, ос. ч., ледяная.

Медь металлическая, стружка.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, 10%-ный раствор.

Натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200—76.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77.

Пирогаллол А по ГОСТ 6408—75, щелочной раствор; готовят следующим образом: 50 г пирогаллола растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды — раствор 1; 50 г гидроксида натрия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды — раствор 2. Затем растворы 1 и 2 смешивают 1 : 1 по объему.

Раствор, содержащий  $\text{SO}_4$ , готовят по ГОСТ 4212—76

Смесь восстановительная; готовят следующим образом: 400 г очищенной йодистоводородной кислоты помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 500 см<sup>3</sup>, прибавляют 85 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, перемешивают, прибавляют 8,6 г фосфорноватистокислого натрия, перемешивают и кипятят в колбе с обратным холодильником в течение 1 ч, пропуская через кипящую смесь

ток азота. Затем смесь охлаждают в токе азота и хранят в той же колбе, закрытой стеклянной пробкой.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78, 10%-ный раствор.

Фосфор красный ос. ч.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

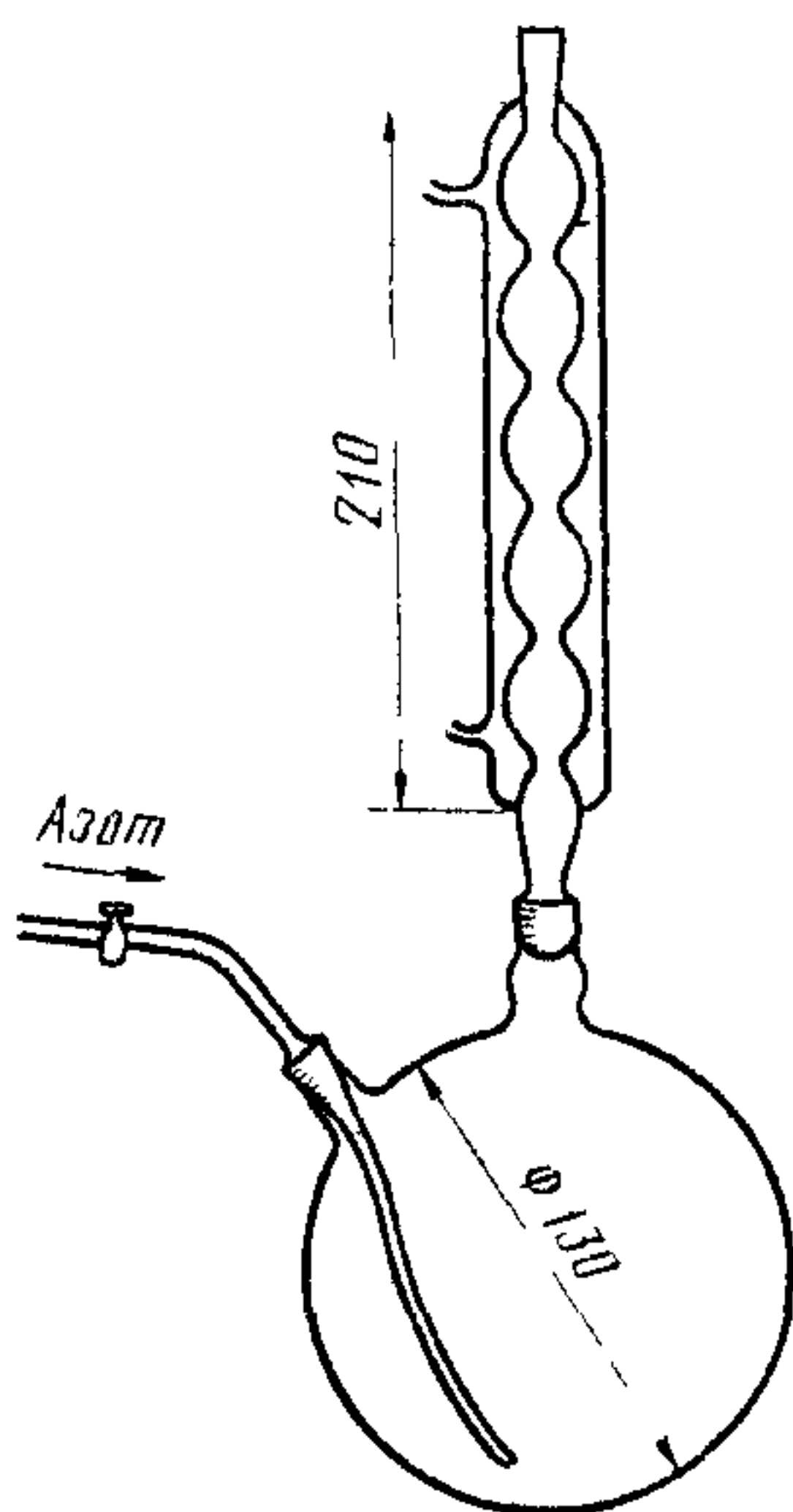
Прибор для очистки азота от кислорода и сероводорода состоит из трех последовательно соединенных склянок Тищенко. Первую склянку заполняют на 1/3 объема щелочным раствором пирогаллола, вторую на 1/3 10%-ным раствором сернокислой меди, третью на 1/3 водой.

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

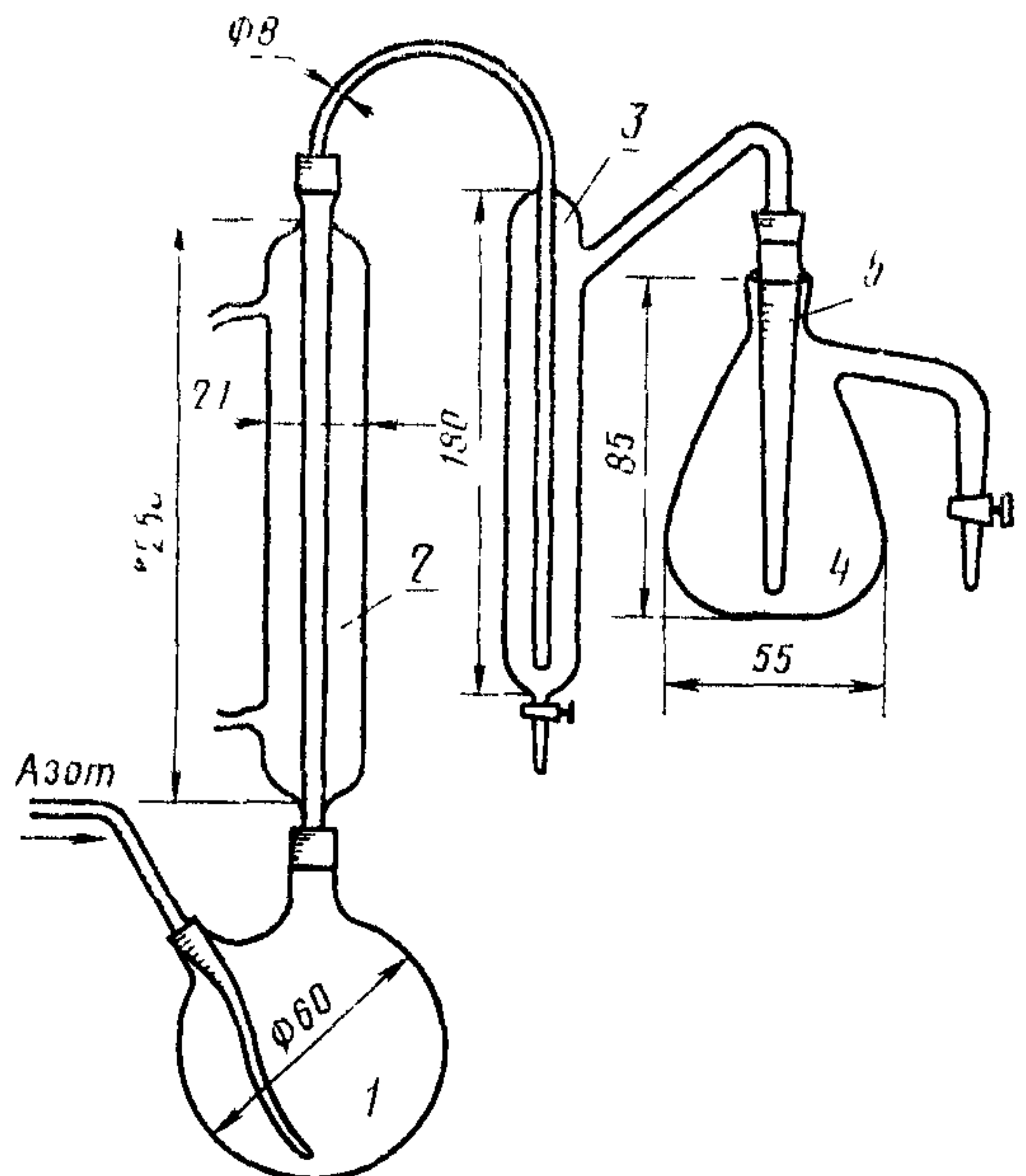
Прибор для определения общей серы (черт. 2) состоит из реакционной колбы с двумя шлифами вместимостью 50 см<sup>3</sup> 1, холодильника стеклянного лабораторного (ГОСТ 9499—77) 2, с кожухом длиной 250 мм, в верхний конец холодильника вставляют стеклянную трубку диаметром 8 мм, соединенную с промывной

Прибор для приготовления  
восстановительной смеси

Прибор для  
определения серы



Черт 1



Черт 2

колонкой высотой 180 мм 3, колбы-приемника, с боковым отводом со стеклянным краном 4; в шлиф на горле колбы-приемника вставляют стеклянную трубку 5.



### 3.5.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения. Для этого в реакционную колбу 1 прибора попеременно помещают растворы, содержащие 0,005; 0,01; 0,020; 0,030 мг  $\text{SO}_4$  и 15 см<sup>3</sup> восстановительной смеси. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий  $\text{SO}_4$ .

В промывную колонку 3 помещают 15 см<sup>3</sup> воды. В колбу-приемник 4 помещают 2 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого цинка и 15 см<sup>3</sup> воды. Через весь прибор пропускают азот в течение 10 мин. Смесь в реакционной колбе 1 нагревают на электроплитке до кипения и кипятят в течение 5 мин, пропуская ток азота, затем отставляют плитку и продолжают пропускать азот еще 10 мин с повышенной скоростью. Колбу-приемник 4 вместе с трубкой, погруженной в раствор, отсоединяют от прибора. К раствору прибавляют 2,5 см<sup>3</sup> раствора диметил-пара-фенилендиамина, 0,5 см<sup>3</sup> раствора железоммонийных квасцов, доводят объем раствора водой до 25 см<sup>3</sup> (раствор перемешивают после прибавления каждого реактива) и оставляют на 20 мин в темном месте. Затем измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к воде на спектрофотометре при длине волны 665 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 630—680 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Из оптической плотности раствора сравнения вычитают оптическую плотность контрольного раствора.

По полученным данным строят градуировочный график

### 3.5.3. Проведение анализа

1 г препарата квалификации х. ч. и ч. д. а. или 0,1 г квалификации ч., взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в реакционную колбу 1 прибора для определения общей серы, прибавляют 15 см<sup>3</sup> восстановительной смеси и далее определение проводят так же, как при построении градуировочного графика.

Скорость пропускания азота должна быть одинакова как при построении градуировочного графика, так и при проведении определения. Скорость пропускания азота до и во время нагревания реакционной смеси — два пузырька в секунду, после прекращения нагревания — три пузырька в секунду.

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 массовую долю общей серы в пересчете на  $\text{SO}_4$  в анализируемом препарате.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между

которыми не должны превышать 20% относительно вычисляемой величины.

Допускается заканчивать определение визуально.

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

3.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 визуально-нефелометрическим методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 18 мл 25%-ного раствора азотной кислоты и перемешивают до растворения препарата. Если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый 1%-ным раствором азотной кислоты, фильтр промывают 2 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора азотной кислоты, присоединяя фильтрат к анализируемому раствору. Далее определяют по ГОСТ 10671.7—74 в объеме 25 см<sup>3</sup>, не добавляя раствор азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин на темном фоне опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,005 мг С1,

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг С1,

для препарата чистый — 0,050 мг С1,

2 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора азотной кислоты и 1 см<sup>3</sup> раствора азотно-кислого серебра.

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

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

3.7.1. *Применяемые 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;

фотопластинки «панхром» или «изохром», светочувствительностью 32—45 ед.;



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 (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5.1177—71;  
натрий сернистокислый 7-водный по ГОСТ 429—76;  
натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ  
СТ СЭВ 223—75;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или  
натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76;  
висмут азотнокислый основной (ч. д. а.) или висмута (III) окись  
(х. ч.) по настоящему стандарту проверенные на отсутствие опре-  
деляемых элементов в условиях данной методики, при наличии  
примесей их определяют методом добавок и учитывают при пост-  
роении градуировочного графика;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., 25%-ный раствор;  
растворы, содержащие определяемые элементы, готовят по  
ГОСТ 4212—76;

проявитель метолгидрохиноновый готовят следующим образом:  
раствор А—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого  
натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>,  
перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор  
Б—16 г безводного углекислого натрия (или 40 г кристаллическо-  
го 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 смещи-  
вают в равных объемах;

фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом:  
500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония  
растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм<sup>3</sup>, пере-  
мешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

### *3.7.2. Приготовление образцов, содержащих примесь определяе- мых элементов*

Для приготовления каждого образца 25,5 г основного азотно-  
кислого висмута (соответствуют 20 г окиси висмута) или 20 г оки-  
си висмута, не содержащих определяемых элементов, взвешивают  
с погрешностью не более 0,01 г, помещают в платиновую или квар-  
цевую чашку; при применении основного азотнокислого висмута  
навеску растворяют в 50 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и выпари-  
вают досуха на воздушной бане (70—80°C) при перемешивании,  
полученный порошок прокалывают на электроплитке до полного  
удаления окислов азота.

Затем прибавляют количества определяемых элементов (в виде  
растворов, содержащих 0,1 и 1 мг/см<sup>3</sup>), указанные в табл. 2, и  
высушивают под инфракрасной лампой. Полученный порошок про-

Таблица 2

Номера образцов	Содержание примесей в образцах, мг						Содержание примесей в образцах, %					
	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb
1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,4	0,0010	0,001	0,001	0,001	0,001	0,002
2	0,2	0,4	0,4	0,3	0,4	0,6	0,001	0,002	0,002	0,0015	0,002	0,003
3	1,0	1,0	1,0	0,6	1,0	6,0	0,005	0,005	0,005	0,003	0,005	0,03

каливают в муфельной печи при 450—500°C 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.

### 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, содержащими примесь определяемых элементов. Спектры анализируемого препарата и образцов снимают на одной фотопластинке 2—3 раза.

### 3.7.5. 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,
Ca — 422,67,
Mg — 279,55,
Cu — 324,75,
Na — 330,23; 588,99; 589,59,
Pb — 283,31

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.

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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



Вид упаковки: Бо-1, Бо-3п, Бо-5п, Б-6, обернутые в светонепроницаемую бумагу.

Группа фасовки: IV и V.

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. Препарат должен быть принят техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие окиси висмута (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения препарата, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения препарат должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

---

# ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75 Реактивы. Висмута (III) окись. Технические условия

Утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.09.88 № 3210

Дата введения 01.04.89

Вводная часть. Первый абзац исключить слова: «Окись висмута не ядовита, не огнеопасна и не взрывоопасна».

Раздел 1 дополнить пунктом 1.1а (перед пунктом 1 1):

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

Пункт 1.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 1

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
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
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

Раздел 2 дополнить пунктом 2.2:

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

Пункт 3.1а. Заменить ссылку: СТ СЭВ 804—77 на ГОСТ 27025—86;

дополнить абзацами:

«При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г. и 3-го класса точ-

## С. 2 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75

ности 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».

Пункт 3.1. Заменить слова: «не должна быть менее 250» на «должна быть не менее 280».

Пункт 3.2. Второй абзац до слов «раствор количественно» изложить в новой редакции:

«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 %»;

третий абзац. Заменить слова: «Содержание» на «Массовую долю»;

экспликация к формуле. Первый и третий абзацы изложить в новой редакции: «где  $V$  — объем раствора ди- $\text{Na-ЭДТА}$  концентрации точно  $c$  (ди- $\text{Na-ЭДТА}$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;»; «0,00233 — масса окиси висмута (III), соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора ди- $\text{Na-ЭДТА}$  концентрации точно  $c$  (ди- $\text{Na-ЭДТА}$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, г»

последний абзац изложить в новой редакции:

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

дополнить абзацем:

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

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции:

«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(3)—100 или мензурка 100 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«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»;

второй абзац. Заменить слова: «5 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 5 %»;

дополнить абзацами:

«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  $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Первый абзац изложить в новой редакции:

«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>)»;

второй абзац. Заменить слова: «общее содержание» на «масса общего».



## ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75 С 3

Пункт 3 5 1 (кроме черт 1 и 2) изложить в новой редакции

«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 железоаммонийные 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 см<sup>3</sup>) йодистоводородной кислоты, отмеренной цилиндром, помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 1000 см<sup>3</sup> прибавляют 85 см<sup>3</sup> 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 ГОСТ 12083—78 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 4—2—1(2), 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74

прибор для очистки азота от кислорода и сероводорода, состоит из трех последовательно соединенных склянок СПЖ 250. Первую склянку заполняют на 1/3 щелочным раствором пирогаллола А вторую склянку заполняют на 1/3 раствором 5-водной сернокислой меди, третью склянку заполняют на 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, в шлиф на горле колбы приемника вставлена стеклянная трубка 5

склянка СПЖ 250 по ГОСТ 25336—82,

секундомер по ГОСТ 5072—79,

## С. 4 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75

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»;

чертеж 1. Заменить значения: 130 на 131 и 210 на 200;

чертеж 2. Заменить значение: 60 на 51 и 250 на 200—300.

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«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 железоммонийных 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  $\lambda = 630—680$  нм в кюветах 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».

Пункт 3.5.3. Первый—третий абзацы изложить в новой редакции:

«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»;

пятый абзац: Заменить слова: «массовую долю общей серы в пересчете на SO<sub>4</sub>» на «массу сульфатов»;

дополнить абзацами (после пятого):

«Препарат 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>»;

шестой абзац изложить в новой редакции

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

дополнить абзацем (после шестого):

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

Пункт 3.6 изложить в новой редакции:

«3.6. Определение массовой доли хлоридов

3.6.1. Посуда, реактивы и растворы

Колба Кн—2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336—82;

пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5 и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74;



## ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75 С 5

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 азотнокислородное 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 Cl, готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие 0 01 мг/см<sup>3</sup> Cl

### 3 6 2 Проведение анализа

0,50 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют пипеткой 18 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % (взятого пипеткой), присоединяя фильтрат к анализируемому раствору. Прибавляют пипеткой 1,0 см<sup>3</sup> раствора азотнокислородного серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 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 мг Cl,

для препарата квалификации чистый для анализа — 0,005 мг Cl,

для препарата квалификации чистый — 0,050 мг Cl,

2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислородного серебра

При необходимости вводят поправку на массу хлоридов в применяемом для растворения объеме азотной кислоты (20 см<sup>3</sup>)»

Пункт 3 7 1 Наименование изложить в новой редакции

«3 7 1 Аппаратура, реактивы и растворы»

дополнить абзацами (после четвертого) «допускается применение другой аппаратуры с аналогичными метрологическими характеристиками,

пипетки 4—2—1 по ГОСТ 20292—74,

чашки из платины по ГОСТ 6563—75 или чаши кварцевые по ГОСТ 19908—80»,

шестой абзац Заменить слова «анализа ос ч 7—3» на «анализа ос ч»,

седьмой абзац изложить в новой редакции

«фотопластинки «панхром» или «изохром» светочувствительностью 32—45 ед или другой марки, обеспечивающие нормальное почернение аналитических линий и фона»,

двенадцатый—четырнадцатый абзацы изложить в новой редакции

«метол-(4-метил-аминофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83,

натрий сульфит 7-водный,

натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86»,

семнадцатый абзац Заменить слова

«основной (ч д а)» на «5 водный по ГОСТ 4110—75»,

восемнадцатый абзац Заменить слова «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %, готовят по ГОСТ 4517—87»,

девятнадцатый абзац изложить в новой редакции

«растворы, содержащие Fe, Ca, Mg, Cu, Na и Pb, готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие 0,1 мг/см<sup>3</sup> Fe, Ca, Mg, Cu, Na и Pb»,

двадцатый абзац Заменить слова «сернистокислородного» на «7-водного сульфита» и «кристаллического» на «10 водного», исключить слово: «безводного»;

двадцать первый абзац после слова «500 г» дополнить словами «5 водного»



## С 6 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75

Пункт 3 7 2 Наименование изложить в новой редакции

«3 7 2 Приготовление образцов сравнения»,

первый абзац изложить в новой редакции: «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»,

второй абзац до слова «указанные» изложить в новой редакции «Затем прибавляют массы определяемых элементов (в виде растворов, содержащих 0 1 мг/см<sup>3</sup>)»,

таблицу 2 изложить в новой редакции

Пункт 3 7 4 после слова «поступают» изложить в новой редакции «с образцами сравнения Спектры анализируемого препарата и образцов сравнения снимают на одной фотопленке 2—3 раза»

Пункт 3 7 5 Второй абзац изложить в новой редакции «Сухую фотопластинку фотометрируют на микрофотометре, пользуясь логарифмической шкалой, и измеряют почернение линий определяемых элементов  $S_{пр}$  (по подходящей ступени ослабителя) и соседнего фона  $S_{ф}$  Аналитические линии, нм»,

дополнить абзацами (перед последним)

«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 »

Пункт 4 1 Второй абзац изложить в новой редакции «Вид и тип тары 2т—1 2т—2, 2т—4, 2т—9, 6—1, обернутые в светонепроницаемую бумагу, II—2, II—6»,

третий абзац Заменить значения «IV V» на «III, IV, V, VI, VII (до 50 кг)»

Пункты 5 1 и 5 2 изложить в новой редакции

«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»

Стандарт дополнить разделом 6

«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»

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

(ИУС № 1 — 1989 г.)

Редактор *Т. В. Смыка*  
Технический редактор *Ф. И. Шрайбштейн*  
Корректор *В. А. Ряукайте*

Сдано в наб 23 03 81 Подп в печ 01 06 81 0,75 п л 0,79 уч-изд л. Тир 8000 Цена 5 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва Д 557, Новопресненский пер. д 3.  
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул Миндауго, 12/14 Зак 1631