УДК 669.76:546.86.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

Метод определения содержания сурьмы

ГОСТ 16274.2—77

Bismuth.
Method for determination of antimony content

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на висмут марок Ви1 и Ви2 и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания сурьмы (при содержании сурьмы от 0,003 до 0,02 %).

Метод основан на экстракции толуолом окрашенного комплексного соединения сурьмы с кристаллическим фиолетовым и измерении оптической плотности экстракта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16274.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Колбы мерные вместимостью 1000, 200, 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 5, 10, 20 см^3 по НТД.

Микробюретка вместимостью 5 см^3 по НТД.

Конические колбы вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 7851.

Стаканы химические вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 7851.

Делительная воронка вместимостью 100 см^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и 10 %-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 3:1.

Олово двухлористое по ТУ 6—09—5393, 5 %-ный раствор в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, 20 %-ный раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор готовят следующим образом: 50 г мочевины растворяют в 50 см^3 горячей воды.

Фиолетовый кристаллический, 0,1 %-ный раствор.

Толуол по ГОСТ 5789.

Сурьма марки Су00 по ГОСТ 1089.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор 1; готовят следующим образом: 0,1 г сурьмы растворяют при нагревании в 20 см^3 концентрированной серной кислоты. После охлаждения добавляют 200—300 см^3 воды и 80 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор 2; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают до метки 10 %-ным раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см^3 рабочего раствора 2 содержит 0,005 мг сурьмы, готовят в день употребления.

Висмут марки Ви00 по ГОСТ 10928.

Раствор соли висмута готовят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 1 г металлического висмута марки не ниже Ви00, добавляют 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют, раствор выпаривают досуха, охлаждают, к остатку приливают 3 см^3 серной кислоты и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения стенки колбы обмывают водой и приливают 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 3:1. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислоты, разбавленной 3:1, и перемешивают.

Азотная кислота по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску 1 г висмута помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют. Раствор выпаривают досуха, охлаждают, после чего к остатку приливают 3 см^3 серной кислоты и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения обмывают стенки колбы водой и приливают 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 3:1.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1.

В стакан вместимостью 50 см^3 отмеривают 5 см^3 раствора, добавляют одну каплю раствора двухлористого олова, перемешивают, прибавляют 1 см^3 раствора нитрита натрия и оставляют на 5 мин, затем прибавляют 1,5 см^3 раствора мочевины, дают выделиться основной массе газов, переносят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см^3 и ополаскивают стаканчик водой. Раствор в воронке доливают водой до 50 см^3.

К раствору приливают 0,5 см^3 кристаллического фиолетового, перемешивают и экстрагируют сурьму 20 см^3 толуола в течение 1 мин.

Оптическую плотность толуольного раствора измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны 610 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения применяют толуол.

Содержание сурьмы находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Построение градуировочного графика.

В стаканы вместимостью по 50 см^3 отмеривают микробюреткой 0,5; 1; 1,5; 2 и 3 см^3 рабочего раствора 2, что соответствует 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01 и 0,015 мг сурьмы, и нагревают до прекращения выделения паров серного ангидрида. К сухому остатку приливают 5 см^3 раствора соли висмута, одну каплю раствора двухлористого олова и далее анализ ведут как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям сурьмы строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — количество сурьмы, найденное по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — аликвотная часть раствора, взятая для определения, см^3;

m — навеска, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

4.2. Максимальное расхождение результатов трех параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) при доверительной вероятности 0,95 не должно превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля сурьмы, %	Расхождение результатов трех параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
0,0030	0,0012	0,0015
0,005	0,002	0,003
0,010	0,004	0,005
0,020	0,008	0,010

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции или по формулам:

$$d=0{,}4\overline{C};\ D=0{,}5\overline{\overline{C}},$$

где $\overline{C}$ — среднее арифметическое результатов трех параллельных определений;

$\overline{\overline{C}}$ — среднее арифметическое результатов двух анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

П.С. Поклонский, Ф.М. Мумджи, Г.В. Хабарова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.01.77 № 172**

3. **Периодичность проверки 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 16274.2—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1089—82	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4197—74	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 5789—78	Разд. 2
ГОСТ 6691—77	Разд. 2
ГОСТ 7851—74	Разд. 2
ГОСТ 10928—90	Разд. 2
ГОСТ 16274.0—77	Разд. 1
ТУ 6—09—5393—88	Разд. 2

6. **Постановлением Госстандарта от 30.07.92 № 836 снято ограничение срока действия**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1983 г., июне 1987 г., июле 1992 г. (ИУС 5—83, 11—87, 10—92)**