

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**ВИСМУТ****Метод определения содержания меди****ГОСТ
16274.3—77****Bismuth.****Method for determination of copper content****ОКСТУ 1709****Дата введения 1978—01—01**

Настоящий стандарт распространяется на металлический висмут марок Ви1 и Ви2 и устанавливает колориметрический метод определения содержания меди (при содержании меди от 0,005 до 0,02 %).

Метод основан на колориметрировании пиридинроданидного комплекса меди, извлеченного в слой хлороформа. Висмут в растворе связывается в комплекс лимонной кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16274.0

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Цилиндры колориметрические стеклянные.

Колбы мерные вместимостью 1000, 100 см³ по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см³ по НТД.

Колбы конические термостойкие вместимостью 50 см³ по ГОСТ 7851.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, 80 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Пиридин по ГОСТ 13647.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, 30 %-ный раствор.

Медь марки М00 по ГОСТ 859.

Стандартные растворы меди.

Раствор 1; готовят следующим образом: 1 г меди растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленный 1:1, кипятят, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки.

1 см³ раствора 1 содержит 1 мг меди.

Раствор 2; готовят следующим образом: 10 см³ раствора 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора 2 содержит 0,1 мг меди.

Раствор 3; готовят следующим образом: 20 см³ раствора 2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Раствор годен в течение трех суток.

1 см³ раствора содержит 0,02 мг меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмута 1 г помещают в колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ разбавленной 1:1 азотной кислоты и растворяют при слабом нагревании до исчезновения окислов азота. После растворения добавляют 5 см³ 80 %-ного раствора лимонной кислоты и нейтрализуют раствор аммиаком по индикаторной бумаге «конго» до перехода окраски из синей в красную, приливая его быстро и энергично перемешивая. После этого раствор охлаждают, приливают 1 см³ пиридина, 4 см³ раствора роданида аммония и перемешивают, затем приливают 4 см³ хлороформа, снова перемешивают 2—3 мин и переносят раствор в цилиндр для колориметрирования.

В другой цилиндр переносят растворы из колбы, в которую прибавляли все реагенты и растворы, кроме висмута, и добавляют из бюретки типовой раствор 3 до уравнивания окрасок слоев хлороформа в обоих цилиндрах.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — количество меди в типовом растворе 3, израсходованном на титрование, мг;

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 меди, %	Расхождение результатов трех параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
0,005	0,002	0,003
0,010	0,004	0,005
0,020	0,006	0,008

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

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,4\bar{C} \\ D = 0,5\bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{для интервала массовых долей от 0,005 до 0,01 \%};$$

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,3\bar{C} \\ D = 0,4\bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{для массовых долей выше 0,01 \%},$$

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

$\bar{\bar{C}}$ — 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 16274.3—70

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 859—78	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3652—69	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 7851—74	Разд. 2
ГОСТ 13647—78	Разд. 2
ГОСТ 16274.0—77	Разд. 1

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)