

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****ВИСМУТ****Метод определения содержания сурьмы**

Bismuth.

Method for determination of antimony content

**ГОСТ  
16274.2—77**

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<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 5, 10, 20 см<sup>3</sup> по НТД.

Микробюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup> по НТД.

Конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 7851.

Стаканы химические вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 7851.

Делительная воронка вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

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.

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

Мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор готовят следующим образом: 50 г мочевины растворяют в 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. После охлаждения добавляют 200—300 см<sup>3</sup> воды и 80 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 мг сурьмы.

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> помещают 1 г металлического висмута марки не ниже Ви00, добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют, раствор выпаривают досуха, охлаждают, к остатку приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения стенки колбы обмывают водой и приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 3:1. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют. Раствор выпаривают досуха, охлаждают, после чего к остатку приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения обмывают стенки колбы водой и приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 3:1.

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

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

К раствору приливают 0,5 см<sup>3</sup> кристаллического фиолетового, перемешивают и экстрагируют сурьму 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> отмеривают микробюреткой 0,5; 1; 1,5; 2 и 3 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — аликвотная часть раствора, взятая для определения, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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:

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

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. Хабаров

## 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)