

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 см³ по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 5, 10, 20 см³ по НТД.

Микробюретка вместимостью 5 см³ по НТД.

Конические колбы вместимостью 250 см³ по ГОСТ 7851.

Стаканы химические вместимостью 50 см³ по ГОСТ 7851.

Делительная воронка вместимостью 100 см³.

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 см³ 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 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения добавляют 200—300 см³ воды и 80 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг сурьмы.

Раствор 2; готовят следующим образом: 10 см³ раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки 10 %-ным раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см³ 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 см³ помещают 1 г металлического висмута марки не ниже Ви00, добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют, раствор выпаривают досуха, охлаждают, к остатку приливают 3 см³ серной кислоты и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения стенки колбы обмывают водой и приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 3:1. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³, приливают 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют. Раствор выпаривают досуха, охлаждают, после чего к остатку приливают 3 см³ серной кислоты и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения обмывают стенки колбы водой и приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 3:1.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1.

В стакан вместимостью 50 см³ отмеривают 5 см³ раствора, добавляют одну каплю раствора двухлористого олова, перемешивают, прибавляют 1 см³ раствора нитрита натрия и оставляют на 5 мин, затем прибавляют 1,5 см³ раствора мочевины, дают выделиться основной массе газов, переносят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см³ и ополаскивают стаканчик водой. Раствор в воронке доливают водой до 50 см³.

К раствору приливают 0,5 см³ кристаллического фиолетового, перемешивают и экстрагируют сурьму 20 см³ 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 см³ отмеривают микробюреткой 0,5; 1; 1,5; 2 и 3 см³ 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 см³ 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, см³;

V_1 — аликвотная часть раствора, взятая для определения, см³;

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. 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)