УДК 669.76:546.815.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

Метод определения содержания свинца

ГОСТ 16274.4—77

Bismuth.
Method for determination of lead content

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на металлический висмут марок Ви1 и Ви2 и устанавливает полярографический метод определения содержания свинца (при содержания свинца от 0,2 до 3 %).

Метод основан на способности свинца восстанавливаться на ртутном капельном катоде при потенциале минус 0,45 В (относительно донной ртути или насыщенного каломельного электрода) на фоне раствора соляной кислоты.

Мешающие определению большие количества висмута отделяют цементацией на железе.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16274.0

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф осциллографический или полярограф переменного тока любого типа.

Колбы мерные вместимостью 1000, 250, 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 10 и 15 см^3 по НТД.

Бюретка вместимостью 25 см^3 по НТД.

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 7851.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:2.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Висмут марки Ви00 по ГОСТ 10928.

Свинец марки С1 по ГОСТ 3778.

Стандартный раствор свинца; готовят следующим образом: 1 г свинца растворяют в азотной кислоте, разбавленной 1:2, затем выпаривают до объема 1—2 $см^3$, приливают 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и выпаривают почти досуха. Эту операцию повторяют 2—3 раза, затем приливают 200—300 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:2, и после растворения осадка раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доливают до метки раствором соляной кислоты (1:2). Стенки колбы обмывают соляной кислотой, разбавленной 1:2.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг свинца.

Градуировочные растворы свинца: в пять мерных колб вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 $см^3$ стандартного раствора свинца и доливают до метки стандартным раствором висмута.

1 $см^3$ градуировочных растворов содержит соответственно 5, 10, 20, 40 и 60 мкг свинца.

Стандартный раствор висмута; готовят следующим образом: 2 г висмута растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают почти досуха, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и вновь выпаривают до получения влажных солей. Эту операцию повторяют 2—3 раза. Затем приливают 200—300 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:2, и после растворения солей раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:2, и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 2 мг висмута.

Ртуть по ГОСТ 4658.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмута массой 0,2 г растворяют в 5 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают почти досуха. Приливают 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Эту операцию повторяют 2—3 раза. Затем приливают 40—50 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:2. После растворения осадка раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:2, и тщательно перемешивают. В сухой стаканчик переносят 20—25 $см^3$ раствора и добавляют небольшими порциями 1 г восстановленного водородом железа.

Через 10—15 мин после полного восстановления висмута полярографируют свинец при потенциалах от минус 0,4 до минус 0,6 В.

В этих условиях полярографируют градуировочные и контрольные растворы.

Для расчета результатов анализа используют градуировочные растворы, близкие по высоте волны к испытуемым.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{h \cdot V \cdot C \cdot 100}{h_1 \cdot m \cdot 1000000},$$

где h — высота волны испытуемого раствора, мм;

h_1 — высота волны градуировочного раствора, мм;

C — концентрация градуировочного раствора свинца, мкг/см^3;

m — навеска, г;

V — общий объем раствора, см^3;

1000000 — коэффициент пересчета граммов на микрограммы.

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 свинца, %	Расхождение результатов трех параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
0,20	0,04	0,05
0,50	0,10	0,13
1,00	0,13	0,17
2,00	0,26	0,34

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

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}2\overline{C} \\ D &= 0{,}25\bar{\bar{C}} \end{aligned}\right\}$$ для интервала массовых долей от 0,2 до 1,0 %;

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}13\overline{C} \\ D &= 0{,}17\bar{\bar{C}} \end{aligned}\right\}$$ для интервала массовых долей св. 1,0 до 2,0 %;

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}1\overline{C} \\ D &= 0{,}13\bar{\bar{C}} \end{aligned}\right\}$$ для массовых долей свыше 2,0 %;

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

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

4.1, 4.2. **(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 16274.4—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3778—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 4658—73	Разд. 2
ГОСТ 7851—74	Разд. 2
ГОСТ 9849—86	Разд. 2
ГОСТ 10928—90	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)**

gost.e-ecolog.ru