УДК 669.76:546.57.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

Метод определения содержания серебра

ГОСТ 16274.5—77

Bismuth.
Method for determination of silver content

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на металлический висмут марок Ви1 и Ви2 и устанавливает объемный роданистый метод определения содержания серебра (при содержании серебра от 0,1 до 0,5 %).

Метод основан на титровании серебра раствором роданида аммония в кислой среде в присутствии висмута. В качестве индикатора применяют железоаммонийные квасцы.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16274.0.

2. ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колба мерная вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Микробюретка вместимостью 2 см³ по НТД.

Пипетка вместимостью 25 см³ по НТД.

Колбы конические термостойкие вместимостью 250 см³ по ГОСТ 7851.

Перегонный аппарат для получения бидистиллированной воды.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, не содержащая хлора, и 1 %-ный раствор.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359, 10 %-ный раствор в 1 %-ном растворе азотной кислоты.

Висмут металлический марки Ви0 по ГОСТ 10928.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Стандартный раствор серебра; готовят следующим образом: 15,7467 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в бидистиллированной воде, доливают до метки водой и перемешивают.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

1 см³ раствора содержит 0,01 г серебра.

Бидистиллированная вода.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³.

Титр раствора устанавливают следующим образом: в шесть конических колб вместимостью по 250 см³ отбирают по 25 см³ стандартного раствора серебра, добавляют по 2,5 г висмута марки Ви0 и растворяют в 50 см³ концентрированной азотной кислоты, приливая небольшими порциями. Растворение ведут сначала без нагревания, а затем нагревают до удаления окислов азота. К раствору приливают 100 см³ бидистиллированной воды, охлаждают и титруют раствором роданистого аммония с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ в присутствии 2 см³ железоаммонийных квасцов до появления неисчезающей розовой окраски.

Титр раствора роданистого аммония (T), выраженный в г/см³ серебра, вычисляют по формуле

$$T = \frac{v \cdot 0{,}01}{v_1},$$

где v — количество стандартного раствора, взятого для титрования, см³;

0,01 — концентрация стандартного раствора серебра, г/см³;

v_1 — количество раствора роданистого аммония с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³, израсходованное на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмута массой 10,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 50 см³ концентрированной азотной кислоты, приливая небольшими порциями. Растворение навески проводят сначала без нагревания, а затем при нагревании до исчезновения окислов азота.

К раствору приливают 100 см³ бидистиллированной воды и после охлаждения титруют раствором роданистого аммония с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ в присутствии 2,0 см³ железоаммонийных квасцов до появления неисчезающей розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание серебра в висмуте (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot v \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора роданида аммония, выраженный в граммах серебра на миллилитр раствора;

v — количество раствора роданида аммония, израсходованное на титрование, см^3;

m — навеска, г.

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 серебра, %	Расхождение результатов трех параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
0,100	0,017	0,023
0,20	0,03	0,05
0,30	0,05	0,07
0,50	0,06	0,08

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

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}17\overline{C} \\ D &= 0{,}23\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\}$$ для интервала массовых долей от 0,1 до 0,3 %;

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}12\overline{C} \\ D &= 0{,}15\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\}$$ для массовых долей свыше 0,3 %,

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 16274.5—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1277—75	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 7851—74	Разд. 2
ГОСТ 10928—90	Разд. 2
ГОСТ 16274.0—77	Разд. 1
ГОСТ 27067—86	Разд. 2
ТУ 6—09—5359—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)**

gost.e-ecolog.ru