УДК 669.76:546.47.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

Метод определения содержания цинка

ГОСТ 16274.7—77

Bismuth.
Method for determination of zinc content

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на металлический висмут марок Ви1 и Ви2 и устанавливает полярографический метод определения содержания цинка (при содержании цинка от 0,001 до 0,02 %).

Метод основан на полярографировании цинка на хлоридно-аммиачном фоне в пределах потенциалов от минус 1,3 до минус 1,6 В относительно донной ртути или насыщенного каломельного электрода. Висмут от цинка отделяют растворением его в ртути; цинк и другие примеси остаются в растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16274.0

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колбы мерные вместимостью 1000, 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Полярограф осциллографический или полярограф переменного тока любого типа.

Ртуть марки РО по ГОСТ 4658.

Висмут марки Ви0000 или Ви000 по ГОСТ 10928.

Цинк металлический гранулированный.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор с молярной концентрацией 2 моль/$дм^3$.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, 1 %-ный раствор.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ТУ 6—09—5313, насыщенный раствор.

Раствор хлористого висмута в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм^3 готовят следующим образом: 1 г висмута марки Ви0000 или Ви000 растворяют в 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и выпаривают досуха, прибавляют 5 см^3 соляной кислоты и выпаривают до влажных солей. Затем соли растворяют в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм^3, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм^3 до метки.

1 см^3 раствора содержит 1 мг висмута.

Хлоридноаммиачный фон; готовят следующим образом: 100 мг хлористого аммония, 100 см^3 аммиака и 100 см^3 насыщенного раствора сульфита натрия разбавляют водой до 1000 см^3. Перед полярографированием добавляют три капли 1 %-ного раствора желатина.

Стандартный раствор цинка; готовят следующим образом: 0,1 г цинка растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в 40 см^3 концентрированной соляной кислоты. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг цинка.

Градуировочные растворы цинка: в четыре мерные колбы вместимостью 50 см^3 помещают 0,5; 1,5; 5,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора цинка, приливают 10 см^3 раствора хлористого висмута и доливают до метки хлоридно-аммиачным фоном.

Градуировочные растворы содержат 1,0; 3,0; 10,0 и 20,0 мкг цинка в 1 см^3.

Индикаторная бумага «конго».

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмута массой 5 г помещают в коническую колбу и растворяют в 4 см^3 ртути, одновременно приливая 10 см^3 хлористого висмута, затем нагревают раствор в вытяжном шкафу для работы с ртутью до слабого кипения и перемешивают 10—15 мин.

Раствор фильтруют через обычный фильтр и промывают 2—3 раза водой, фильтрат нейтрализуют по индикаторной бумаге «конго» аммиаком, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки хлоридно-аммиачным фоном и полярографируют цинк при наложении на электроды напряжения в интервале от минус 1,3 до минус 1,6 В (относительно донной ртути или насыщенного каломельного электрода).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{C \cdot h_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot h_2 \cdot 1000000},$$

где C — массовая концентрация цинка в градуировочном растворе, мкг/см^3;

h_1 — высота волны анализируемого раствора, мм;

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

m — навеска, г;

h_2 — высота волны градуировочного раствора, мм;

1000000 — коэффициент пересчета граммов на микрограммы.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

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 цинка, %	Расхождение результатов трех параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
0,0010	0,0005	0,0007
0,0030	0,0015	0,0020
0,010	0,003	0,004
0,020	0,006	0,008

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

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}5\overline{C} \\ D &= 0{,}65\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\}$$ для интервала массовых долей от 0,001 до 0,003 %;

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}3\overline{C} \\ D &= 0{,}4\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\}$$ для интервала массовых долей свыше 0,003 %,

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 16274.7—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 3760—79	Разд 2
ГОСТ 3773—72	Разд 2
ГОСТ 4461—77	Разд 2
ГОСТ 4658—73	Разд 2
ГОСТ 10928—90	Разд 2
ГОСТ 11293—89	Разд 2
ГОСТ 16274 0—77	1 1
ТУ 6—09—5313—87	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