УДК 669.76:546.72.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

Метод определения содержания железа

ГОСТ 16274.6—77

Bismuth.
Method for determination of iron content

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на металлический висмут марок Ви1 и Ви2 и устанавливает колориметрический метод определения содержания железа (при содержании железа от 0,001 до 0,01 %).

Метод основан на колориметрическом определении железа по красной окраске роданида железа, извлеченного в органический слой. Висмут не отделяют, определение железа производят в солянокислой среде.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16274.0.

2. ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Микробюретка вместимостью 5 $см^3$ по НТД.

Цилиндры колориметрические.

Воронка делительная вместимостью 100 $см^3$.

Стаканы химические, термостойкие, вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 7851.

Пипетки вместимостью 10 $см^3$ по НТД.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., и разбавленная 1:9.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, 30 %-ный раствор.

Раствор роданида аммония очищают от железа экстрагированием смесью эфира диэтилового и изоамилового спирта в соотношении 1:1.

Висмут металлический марки Ви0000 или Ви000 по ГОСТ 10928.

Эфир диэтиловый (медицинский).

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Окись железа по ТУ 6—09—5331.

Стандартные растворы железа

Раствор 1; готовят следующим образом: 0,3574 г окиси железа растворяют при нагревании в 50 $см^3$ соляной кислоты. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор 2; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

1 $см^3$ раствора 2 содержит 0,1 мг железа.

Раствор 3; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора 2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

1 $см^3$ раствора 3 содержит 0,01 мг железа.

Раствор сравнения готовят следующим образом: 1 г висмута марки Ви0000 или Ви000 помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 5 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Приливают 40—50 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:9, после растворения осадка раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмута 1 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют, после чего раствор выпаривают досуха. Затем прибавляют 40—50 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:9, и после растворения осадка раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$.

Раствор в колбе доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

В один цилиндр для колориметрирования отбирают 20 $см^3$ анализируемого раствора, а в другой цилиндр — 20 $см^3$ раствора сравнения.

В оба цилиндра одновременно отмеривают пипеткой по 1 см^3 30 %-ного раствора роданида аммония, по 5 см^3 смеси эфира и спирта и перемешивают растворы. В цилиндр с раствором сравнения доливают из микробюретки стандартный раствор 3 до выравнивания окрасок спиртоэфирных слоев в обоих цилиндрах.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \ V \ 100}{m \ V_1 \ 1000},$$

где m_1 — количество железа в стандартном растворе 3, израсходованном на титрование, мг;

V — общий объем раствора, см^3;

m — навеска, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы;

V_1 — аликвотная часть раствора, взятая для колориметрирования, см^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 железа, %	Расхождение результатов трех параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
0,0010	0,0003	0,0004
0,0030	0,0009	0,0012
0,010	0,003	0,004

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

$d = 0{,}3\overline{C}$

$D = 0{,}4\overline{\overline{C}}$,

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 16274.6—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 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 5830—79	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—5331—87	

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