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

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

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:

$d = 0{,}2\overline{C}$
$D = 0{,}25\overline{\overline{C}}$
} для интервала массовых долей от 0,2 до 1,0 %;

$d = 0{,}13\overline{C}$
$D = 0{,}17\overline{\overline{C}}$
} для интервала массовых долей св. 1,0 до 2,0 %;

$d = 0{,}1\overline{C}$
$D = 0{,}13\overline{\overline{C}}$
} для массовых долей свыше 2,0 %;

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

$\overline{\overline{C}}$ — 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