УДК 669.76:546.56.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

Метод определения содержания меди

ГОСТ 16274.3—77

Bismuth.
Method for determination of copper content

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на металлический висмут марок Ви1 и Ви2 и устанавливает колориметрический метод определения содержания меди (при содержании меди от 0,005 до 0,02 %).

Метод основан на колориметрировании пиридинроданидного комплекса меди, извлеченного в слой хлороформа. Висмут в растворе связывается в комплекс лимонной кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16274.0

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Цилиндры колориметрические стеклянные.
Колбы мерные вместимостью 1000, 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.
Пипетки вместимостью 10 и 20 $см^3$ по НТД.
Колбы конические термостойкие вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 7851.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.
Кислота лимонная по ГОСТ 3652, 80 %-ный раствор.
Аммиак водный по ГОСТ 3760.
Пиридин по ГОСТ 13647.
Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, 30 %-ный раствор.
Медь марки М00 по ГОСТ 859.
Стандартные растворы меди.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Раствор 1; готовят следующим образом: 1 г меди растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленный 1:1, кипятят, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки.

1 см^3 раствора 1 содержит 1 мг меди.

Раствор 2; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора 2 содержит 0,1 мг меди.

Раствор 3; готовят следующим образом: 20 см^3 раствора 2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

Раствор годен в течение трех суток.

1 см^3 раствора содержит 0,02 мг меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмута 1 г помещают в колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 5 см^3 разбавленной 1:1 азотной кислоты и растворяют при слабом нагревании до исчезновения окислов азота. После растворения добавляют 5 см^3 80 %-ного раствора лимонной кислоты и нейтрализуют раствор аммиаком по индикаторной бумаге «конго» до перехода окраски из синей в красную, приливая его быстро и энергично перемешивая. После этого раствор охлаждают, приливают 1 см^3 пиридина, 4 см^3 раствора роданида аммония и перемешивают, затем приливают 4 см^3 хлороформа, снова перемешивают 2—3 мин и переносят раствор в цилиндр для колориметрирования.

В другой цилиндр переносят растворы из колбы, в которую прибавляли все реактивы и растворы, кроме висмута, и добавляют из бюретки типовой раствор 3 до уравнивания окрасок слоев хлороформа в обоих цилиндрах.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — количество меди в типовом растворе 3, израсходованном на титрование, мг;

m — навеска, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

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 меди, %	Расхождение результатов трех параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
0,005	0,002	0,003
0,010	0,004	0,005
0,020	0,006	0,008

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

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}4\overline{C} \\ D &= 0{,}5\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\}$$ для интервала массовых долей от 0,005 до 0,01 %;

$$\left.\begin{aligned} d &= 0{,}3\overline{C} \\ D &= 0{,}4\overline{\overline{C}} \end{aligned}\right\}$$ для массовых долей свыше 0,01 %,

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 16274.3—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 859—78	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3652—69	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 7851—74	Разд. 2
ГОСТ 13647—78	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