

ВИСМУТ

Метод определения содержания цинка

Bismuth.

Method for determination of zinc content

ГОСТ
16274.7—77

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 см³ 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/дм³.

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



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

Раствор хлористого висмута в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³ готовят следующим образом: 1 г висмута марки Ви0000 или Ви000 растворяют в 10 см³ концентрированной азотной кислоты и выпаривают досуха, прибавляют 5 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажных солей. Затем соли растворяют в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³ до метки.

1 см³ раствора содержит 1 мг висмута.

Хлоридноаммиачный фон; готовят следующим образом: 100 мг хлористого аммония, 100 см³ аммиака и 100 см³ насыщенного раствора сульфита натрия разбавляют водой до 1000 см³. 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 см³ в 40 см³ концентрированной соляной кислоты. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг цинка.

Градуировочные растворы цинка: в четыре мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 0,5; 1,5; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора цинка, приливают 10 см³ 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 см³.

Индикаторная бумага «конго».

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмута массой 5 г помещают в коническую колбу и растворяют в 4 см³ ртути, одновременно приливая 10 см³ 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 см³, 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/см³;

h_1 — высота волны анализируемого раствора, мм;

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

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:

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,5 \bar{C} \\ D = 0,65 \bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{ для интервала массовых долей от } 0,001 \text{ до } 0,003 \%;$$

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,3 \bar{C} \\ D = 0,4 \bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{ для интервала массовых долей свыше } 0,003 \%,$$

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

$\bar{\bar{C}}$ — 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)