

**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<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см<sup>3</sup> по НТД.

Колбы конические термостойкие вместимостью 50 см<sup>3</sup> 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.

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

1 см<sup>3</sup> раствора 1 содержит 1 мг меди.

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

1 см<sup>3</sup> раствора 2 содержит 0,1 мг меди.

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

Раствор годен в течение трех суток.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,02 мг меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмута 1 г помещают в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 азотной кислоты и растворяют при слабом нагревании до исчезновения окислов азота. После растворения добавляют 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> пиридина, 4 см<sup>3</sup> раствора роданида аммония и перемешивают, затем приливают 4 см<sup>3</sup> 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.

С. 3 ГОСТ 16274.3—77

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:

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,4\bar{C} \\ D = 0,5\bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{ для интервала массовых долей от } 0,005 \text{ до } 0,01 \%;$$

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,3\bar{C} \\ D = 0,4\bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{ для массовых долей свыше } 0,01 \%,$$

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 16274.3—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)