

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 см³ по ГОСТ 1770.

Микробюретка вместимостью 5 см³ по НТД.

Цилиндры колориметрические.

Воронка делительная вместимостью 100 см³.

Стаканы химические, термостойкие, вместимостью 100 см³ по ГОСТ 7851.

Пипетки вместимостью 10 см³ по НТД.

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

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

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 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг железа.

Раствор 2; готовят следующим образом: 10 см³ раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

1 см³ раствора 2 содержит 0,1 мг железа.

Раствор 3; готовят следующим образом: 10 см³ раствора 2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

1 см³ раствора 3 содержит 0,01 мг железа.

Раствор сравнения готовят следующим образом: 1 г висмута марки Ви0000 или Ви000 помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Приливают 40—50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9, после растворения осадка раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³, прибавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют, после чего раствор выпаривают досуха. Затем прибавляют 40—50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9, и после растворения осадка раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

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

В один цилиндр для колориметрирования отбирают 20 см³ анализируемого раствора, а в другой цилиндр — 20 см³ раствора сравнения.

В оба цилиндра одновременно отмеривают пипеткой по 1 см³ 30 %-ного раствора роданида аммония, по 5 см³ 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

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

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

V — общий объем раствора, см³;

m — навеска, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы;

V_1 — аликвотная часть раствора, взятая для колориметрирования, см³.

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:

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

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

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 16274.6—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. 2
ГОСТ 27067—86	Разд. 1
ТУ 6—09—5331—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)