

**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 содержании 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<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 10 и 15 см<sup>3</sup> по НТД.

Бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup> 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



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<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и выпаривают почти досуха. Эту операцию повторяют 2—3 раза, затем приливают 200—300 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:2, и после растворения осадка раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки раствором соляной кислоты (1:2). Стенки колбы обмывают соляной кислотой, разбавленной 1:2.

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

Градуировочные растворы свинца: в пять мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора свинца и доливают до метки стандартным раствором висмута.

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают почти досуха, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вновь выпаривают до получения влажных солей. Эту операцию повторяют 2—3 раза. Затем приливают 200—300 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:2, и после растворения солей раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:2, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают почти досуха. Приливают 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Эту операцию повторяют 2—3 раза. Затем приливают 40—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:2. После растворения осадка раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:2, и тщательно перемешивают. В сухой стаканчик переносят 20—25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$m$  — навеска, г;

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

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:

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,2\bar{C} \\ D = 0,25\bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{ для интервала массовых долей от 0,2 до 1,0 \% ;}$$

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,13\bar{C} \\ D = 0,17\bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{ для интервала массовых долей св. 1,0 до 2,0 \% ;}$$

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,1\bar{C} \\ D = 0,13\bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{ для массовых долей свыше 2,0 \% ;}$$

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

$\bar{\bar{C}}$  — 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)