

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**ВИСМУТ**

Метод определения содержания серебра

ГОСТ

16274.5—77

Bismuth.

Method for determination of silver content

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

Настоящий стандарт распространяется на металлический висмут марок Ви1 и Ви2 и устанавливает объемный роданистый метод определения содержания серебра (при содержании серебра от 0,1 до 0,5 %).

Метод основан на титровании серебра раствором роданида аммония в кислой среде в присутствии висмута. В качестве индикатора применяют железоаммонийные квасцы.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16274.0.

2. ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колба мерная вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Микробюретка вместимостью 2 см³ по НТД.

Пипетка вместимостью 25 см³ по НТД.

Колбы конические термостойкие вместимостью 250 см³ по ГОСТ 7851.

Перегонный аппарат для получения бидистиллированной воды.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, не содержащая хлора, и 1 %-ный раствор.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359, 10 %-ный раствор в 1 %-ном растворе азотной кислоты.

Висмут металлический марки Ви0 по ГОСТ 10928.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Стандартный раствор серебра; готовят следующим образом: 15,7467 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в бидистиллированной воде, доливают до метки водой и перемешивают.

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

1 см³ раствора содержит 0,01 г серебра.

Бидистиллированная вода.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³.

Титр раствора устанавливают следующим образом: в шесть конических колб вместимостью по 250 см³ отбирают по 25 см³ стандартного раствора серебра, добавляют по 2,5 г висмута марки Ви0 и растворяют в 50 см³ концентрированной азотной кислоты, приливая небольшими порциями. Растворение ведут сначала без нагревания, а затем нагревают до удаления окислов азота. К раствору приливают 100 см³ бидистиллированной воды, охлаждают и титруют раствором роданистого аммония с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ в присутствии 2 см³ железоаммонийных квасцов до появления исчезающей розовой окраски.

Титр раствора роданистого аммония (T), выраженный в г/см³ серебра, вычисляют по формуле

$$T = \frac{v \cdot 0,01}{v_1},$$

где v — количество стандартного раствора, взятого для титрования, см³;

0,01 — концентрация стандартного раствора серебра, г/см³;

v_1 — количество раствора роданистого аммония с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³, израсходованное на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмута массой 10,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 50 см³ концентрированной азотной кислоты, приливая небольшими порциями. Растворение навески проводят сначала без нагревания, а затем при нагревании до исчезновения окислов азота.

К раствору приливают 100 см³ бидистиллированной воды и после охлаждения титруют раствором роданистого аммония с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ в присутствии 2,0 см³ железоаммонийных квасцов до появления исчезающей розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание серебра в висмуте (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot v \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора роданида аммония, выраженный в граммах серебра на миллилитр раствора;

v — количество раствора роданида аммония, израсходованное на титрование, см³;

m — навеска, г.

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 серебра, %	Расхождение результатов трех параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
0,100	0,017	0,023
0,20	0,03	0,05
0,30	0,05	0,07
0,50	0,06	0,08

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

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,17\bar{C} \\ D = 0,23\bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{ для интервала массовых долей от } 0,1 \text{ до } 0,3 \text{ \%};$$

$$\left. \begin{array}{l} d = 0,12\bar{C} \\ D = 0,15\bar{\bar{C}} \end{array} \right\} \text{ для массовых долей свыше } 0,3 \text{ \%},$$

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 16274.5—70

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1277—75	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 7851—74	Разд. 2
ГОСТ 10928—90	Разд. 2
ГОСТ 16274.0—77	Разд. 1
ГОСТ 27067—86	Разд. 2
ТУ 6—09—5359—88	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)