Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЛАНТАН, САМАРИЙ, ЕВРОПИЙ, ГАДОЛИНИЙ, ДИСПРОЗИЙ, ТУЛИЙ, ИТТЕРБИЙ, ИТТРИЙ И ИХ ОКИСИ

Метод определения хрома

ГОСТ 23862.21—79

Lanthanum, samarium, europium, gadolinium, dysprosium, thulium, yterbium, yttrium and their oxides.
Method of chromium determination

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает колориметрический метод определения хрома (от $3 \cdot 10^{-6}$ % до $5 \cdot 10^{-5}$ %) в лантане, самарии, европии, гадолинии, диспрозии, тулии, иттербии, иттрии и их окисях.

Метод основан на реакции хрома (VI) с дифенилкарбазидом после окисления хрома до хромат-иона с помощью перманганата. Содержание хрома находят визуально сравнением интенсивности окраски анализируемого раствора с интенсивностью окраски растворов сравнения.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Цилиндры для колориметрирования из бесцветного стекла с притертыми пробками высотой 360 мм и диаметром 12 мм.

Стаканы стеклянные вместимостью 50 и 100 см^3.

Стекла часовые.

Бусинка стеклянная.

Плитка электрическая.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, разбавленная (1 : 1).

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78; 0,1 моль/дм^3 раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с концентрацией 5 г/дм^3.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с концентрацией 2 г/дм^3.

Дифенилкарбазид по НТД, раствор с концентрацией 10 г/дм^3 в ацетоне (хранить в темной склянке не более 3 сут).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дополнительно перегнанная в кварцевом приборе.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, высушенный до постоянной массы при температуре 140 °С.

Стандартный раствор хрома (VI) (запасной), содержащий 0,1 мг/см^3 хрома: 0,283 г калия двухромовокислого растворяют в воде и доводят объем раствора в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 до метки водой.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. (ИУС 7—85).

gost.e-ecolog.ru

Раствор хрома (VI), содержащий 1 мкг/см³ хрома, готовят разбавлением стандартного (запасного) раствора хрома водой в 100 раз. Раствор готовят в день употребления.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10—12 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и растворяют при нагревании на плитке. Полученный раствор упаривают до кристаллизации солей, затем растворяют в 15 см³ 0,1 моль/дм³ серной кислоты и приливают 15 см³ воды. В стакан с раствором помещают стеклянную бусинку, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают раствор до кипения. Добавляют две капли раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 5 мин (при этом раствор должен сохранять розовую окраску). В кипящий раствор приливают по каплям (с интервалом около 5 с) раствор азотистокислого натрия до полного исчезновения розовой окраски, обусловленной присутствием перманганат-иона, продолжают кипятить еще 5 мин (избытка азотистокислого натрия следует избегать). Содержимое стакана быстро охлаждают до комнатной температуры, погружая стакан в холодную воду, снимают часовое стекло, добавляют 1 см³ раствора дифенил-карбазида и переносят раствор в цилиндр для колориметрирования. Объем раствора в цилиндре доводят водой до 30 см³ и перемешивают.

Интенсивность окраски сравнивают на белом фоне с интенсивностью окраски растворов шкалы сравнения, наблюдая окраску сверху вниз.

Одновременно с анализом образца проводят через все стадии анализа контрольный опыт на реактивы. Количество хрома в контрольном опыте не должно превышать 0,02 мкг.

3.2. Приготовление шкалы сравнения

В стаканы вместимостью 50 см³ приливают по 15 см³ 0,1 моль/дм³ раствора серной кислоты, 15 см³ воды, 1 см³ раствора дифенилкарбазида и вводят по 0; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,50; 0,70; 1,0 см³ раствора хрома (VI) (содержащего 1 мкг/см³ хрома). Содержимое стаканов перемешивают после добавления каждого реактива.

Растворы переводят в цилиндры для колориметрирования.

Шкалу сравнения готовят одновременно с анализом проб.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю хрома (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса хрома в анализируемой пробе, мкг;

m_2 — масса хрома в контрольном опыте, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений, допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля хрома, %	Допускаемое расхождение, %
$3 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$
$3 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
$5 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$

gost.e-ecolog.ru