Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРАЗЕОДИМ, НЕОДИМ, ТЕРБИЙ, ГОЛЬМИЙ, ЭРБИЙ И ИХ ОКИСИ

Метод определения хрома

ГОСТ 23862.22—79

Praseodymium, neodymium, terbium, holmium, erbium and their oxides. Method of determination of chromium

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 $5 \cdot 10^{-6}$ % до $5 \cdot 10^{-5}$ %) в празеодиме, неодиме, тербии, гольмии, эрбии и их окисях.

Метод основан на экстракции соединения хрома (VI) с дифенилкарбазидом изоамиловым спиртом с последующей реэкстракцией окрашенного соединения разбавленной серной кислотой. 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

Плитка электрическая.

Колба мерная вместимостью 500 $см^3$.

Стаканы вместимостью 100 $см^3$.

Воронки делительные вместимостью 50 $см^3$.

Стекла часовые.

Набор цилиндров для колориметрирования из бесцветного стекла диаметром 6 мм, высотой 100 мм с притертыми пробками.

Бусинка стеклянная.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84; 7 моль/$дм^3$ раствор.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78; 0,1 и 0,2 моль/$дм^3$ растворы.

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

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

Дифенилкарбазид по НТД, раствор с концентрацией 10 г/$дм^3$ в ацетоне (можно хранить в темной склянке три дня).

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79, ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

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

gost.e-ecolog.ru

Стандартный раствор хрома (запасной), содержащий 0,1 мг/см^3 хрома; 0,1414 г двухромовокислого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см^3 и доводят водой до метки.

Раствор хрома, содержащий 1 мкг/см^3 хрома, готовят разбавлением стандартного раствора хрома (запасного) в 100 раз водой в день употребления.

Вода деионизованная.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску металла или окиси РЗЭ массой 2 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 7—12 см^3 азотной кислоты и нагревают до растворения. Раствор упаривают почти досуха, остаток растворяют в 15 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора серной кислоты и добавляют 10—15 см^3 воды. В стакан помещают стеклянную бусинку, добавляют 1—2 капли раствора марганцовокислого калия, закрывают часовым стеклом и продолжают кипятить в течение ~ 5 мин (при этом раствор должен сохранить розовую окраску). В кипящий раствор прибавляют по каплям (с интервалом 5 с) раствор азотистокислого натрия до полного исчезновения розовой окраски, обусловленной марганцовокислым калием, и продолжают кипятить еще ~ 5 мин (избытка азотистокислого натрия следует избегать). Содержимое стакана быстро охлаждают до комнатной температуры, снимают часовое стекло, вводят 0,5 см^3 раствора дифенилкарбазида и 3 г хлористого натрия. После растворения солей раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50 см^3, приливают 1 см^3 изоамилового спирта и энергично встряхивают в течение 1 мин. После расслаивания водную фазу отбрасывают, в делительную воронку добавляют 1,5—2 см^3 воды и осторожно (не встряхивая ее) сливают воду; органическую фазу переводят в маленькую пробирку для колориметрирования с притертой пробкой. Реэкстракцию окрашенного соединения хрома с дифенилкарбазидом проводят 0,5 см^3 0,2 моль/дм^3 серной кислоты, содержащей одну каплю раствора дифенилкарбазида, энергично встряхивая раствор в течение 1 мин. После расслаивания интенсивность окраски водного слоя сравнивают на белом фоне с интенсивностью окраски растворов шкалы сравнения. Одновременно с анализом образца проводят контрольный опыт на реактивы. Количество хрома в контрольном опыте не должно превышать 0,05 мкг.

3.2. Приготовление шкалы сравнения

В стаканы вместимостью 50 см^3 помещают по 5 г хлористого натрия, растворяют в 20 см^3 0,1 моль/дм^3 серной кислоты, добавляют по 5 см^3 воды и по 0,5 см^3 раствора дифенилкарбазида. Приливают 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 см^3 раствора хрома (содержащего 1 мкг/см^3 хрома), перемешивают, раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 см^3, приливают 1 см^3 изоамилового спирта и энергично встряхивают в течение 1 мин. После расслаивания водную фазу отбрасывают, в делительную воронку добавляют 1,5—2 см^3 воды и осторожно (не встряхивая) сливают воду; органическую фазу переводят в маленькую пробирку с притертой пробкой. Реэкстракцию окрашенного соединения хрома с дифенилкарбазидом проводят 0,5 см^3 0,2 моль/дм^3 серной кислоты, содержащей одну каплю раствора дифенилкарбазида, энергично встряхивая раствор в течение 1 мин.

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 образце, найденная по шкале сравнения, 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, %
$5 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
$3 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$

gost.e-ecolog.ru