

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

Метод определения хрома

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

ГОСТ
23862.21-79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.

до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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 мл.

Стекла часовые.

Бусинка стеклянная.

Плитка электрическая.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, разбавленная (1:1).

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78, 0,2 н. раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,5%-ный раствор.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 0,2%-ный раствор.

Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, 1%-ный раствор 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°C.

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

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 100 мл, приливают 10—12 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании на плитке. Полученный раствор упаривают до кристаллизации солей, затем растворяют в 15 мл 0,2 н. серной кислоты и приливают 15 мл 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, и 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 мл раствора дифенилкарбазида и переносят раствор в цилиндр для колориметрирования. Объем раствора в цилиндре доводят водой до 30 мл 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 мл приливают по 15 мл 0,2 н. раствора серной кислоты, 15 мл воды, 1 мл раствора дифенилкарбазида и вводят по 0; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,50; 0,70; 1,0 мл раствора хрома (VI) (содержащего 1 мкг/мл 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 среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

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

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