

**ПРАЗЕОДИМ, НЕОДИМ, ТЕРБИЙ,
ГОЛЬМИЙ, ЭРБИЙ И ИХ ОКСИДЫ****Метод определения хрома**

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

**ГОСТ
23862.22-79**

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

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

Стаканы вместимостью 100 мл.

Воронки делительные вместимостью 50 мл.

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—78, 7 н. раствор.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78, 0,2 н. и 0,4 н. растворы.

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

Натрий азотистоокислый по ГОСТ 4197—74, х. ч., 0,2% -ный раствор.

Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, 1% -ный раствор 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 двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, х. ч., высушенный до постоянной массы при 140°C.

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

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

Вода деионизованная.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску металла или окиси РЗЭ массой 2 г помещают в стакан вместимостью 100 мл, приливают 7—12 мл азотной кислоты и нагревают до растворения. Раствор упаривают почти досуха, остаток растворяют в 15 мл 0,2 н. раствора серной кислоты и добавляют 10—15 мл 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 азотистоокислого натрия до полного исчезновения розовой окраски, обусловленной марганцовокислым калием, и продолжают кипятить еще ~5 мин (избытка азотистоокислого натрия следует избегать). Содержимое стакана быстро охлаждают до комнатной температуры, снимают часовое стекло, вводят 0,5 мл раствора дифенилкарбазида и 3 г хлористого натрия. После растворения солей раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50 мл, приливают 1 мл изоамилового спирта и энергично встряхивают в течение 1 мин. После расслаивания водную фазу отбрасывают, в делительную воронку добавляют 1,5—2 мл воды и осторожно (не встряхивая ее) сливают воду; органическую фазу переводят в маленькую пробирку для колориметрирования с притертой пробкой. Реэкстракцию окрашенного соединения хрома с дифенилкарбази-

дом проводят 0,5 мл 0,4 н. 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 мл помещают по 5 г хлористого натрия, растворяют в 20 мл 0,2 н. серной кислоты, добавляют по 5 мл воды и по 0,5 мл раствора дифенилкарбазида. Приливают 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 мл раствора хрома (содержащего 1 мкг/мл хрома), перемешивают, раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 мл, приливают 1 мл изоамилового спирта и энергично встряхивают в течение 1 мин. После расслаивания водную фазу отбрасывают, в делительную воронку добавляют 1,5—2 мл воды и осторожно (не встряхивая) сливают воду; органическую фазу переводят в маленькую пробирку с притертой пробкой. Режстракцию окрашенного соединения хрома с дифенилкарбазидом проводят 0,5 мл 0,4 н. 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 среднее арифметическое 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, % |
|------------------------|----------------------------|
| $5 \cdot 10^{-6}$ | $5 \cdot 10^{-6}$ |
| $1 \cdot 10^{-5}$ | $1 \cdot 10^{-5}$ |
| $3 \cdot 10^{-5}$ | $2 \cdot 10^{-5}$ |