

Изменение № 3 ГОСТ 24295—80 Посуда хозяйственная стальная эмалированная. Методы анализа вытяжек

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.06.89 № 1516

Дата введения 01.12.89

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

Вводную часть дополнить словами: «хрома 0,05—0,30 мг/дм³».

Стандарт дополнить разделом — 1а (перед разд. 1):

«1а. Отбор образцов

Отбор образцов — по ГОСТ 24788—81».

Пункт 1.1 после слова «кобальта» дополнить словом: «хрома».

Пункт 4.1.2. Заменить ссылки: ГОСТ 8613—75 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 5.1.2. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10553—75».

Стандарт дополнить разделом — 6:

«6. Методы определения хрома

6.1. Фотометрический метод определения хрома с окислением перекисью водорода

6.1.1. Сущность метода

Метод основан на каталитическом окислении хрома (III) до хрома (IV) перекисью водорода в присутствии платины и солей железа с последующим окислением дифенилкарбазида с образованием комплексного соединения и измерении оптической плотности полученного раствора розово-фиолетового цвета.

6.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Центрифуга лабораторная.

Колбы мерные вместимостью 25 см³ по ГОСТ 1770—74.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74.

Стаканы центрифужные вместимостью 25 см³.

Чашки фарфоровые № 1 по ГОСТ 9147—80.

Проволока платиновая, кусочки длиной 5—10 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с массовой долей 4 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовыми концентрациями 100 и 500 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 245—76, раствор насыщенный, профильтрованный.

1,5-дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³ в ацетоне.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Квасцы железоаммонийные, раствор с массовой концентрацией 90 г/дм³; 9 г квасцов растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют по каплям соляную кислоту до получения прозрачного раствора, избегают ее избытка. Полученный раствор доводят дистиллированной водой до 100 см³.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Стандартный раствор хрома (раствор А) с массовой концентрацией хрома 0,1 мг/см³; 0,2829 г двуххромовокислого калия, просушенного при температуре 180 °С до постоянной массы, помещают в колбу вместимостью 1,0 дм³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора водой до метки.

(Продолжение см. с. 272)

Стандартный раствор хрома (раствор Б) с массовой концентрацией хрома 1 мкг/см³ готовят разбавлением водой раствора А в 100 раз.

Примечание. Все реактивы должны быть квалификации не ниже ч.д.а.

6.1.3. Проведение анализа

10 см³ вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на кипящей водяной бане досуха. В чашку добавляют 10 см³ дистиллированной воды, 0,5 см³ азотной кислоты, тщательно перемешивая переводят содержимое чашки в раствор. Добавляют 1,5 см³ раствора железоаммонийных квасцов и нейтрализуют содержимое чашки до рН = 7—8 раствором гидроксида натрия с массовой концентрацией 100 г/дм³.

В чашку вносят платиновую проволоку, добавляют 5 капель перекиси водорода и выпаривают содержимое чашки на кипящей водяной бане до получения слегка влажного осадка (не досуха). Содержимое чашки с помощью дистиллированной воды переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, оставляя платиновую проволоку в чашке. Объем в колбе доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Осадок от раствора отделяют центрифугированием в течение 15 мин со скоростью 3000 об/мин; 20 см³ прозрачного центрифугата переносят в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 1 см³ серной кислоты, 1 см³ раствора однозамещенного фосфорнокислого натрия, 1 см³ раствора дифенилкарбазида, тщательно перемешивая содержимое стакана после добавления каждого реактива.

Одновременно готовят два контрольных раствора, где вместо уксусной вытяжки используют раствор уксусной кислоты.

Через 5 мин измеряют оптическую плотность приготовленного раствора на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 540 нм по отношению к каждому из двух контрольных растворов.

За оптическую плотность анализируемого раствора принимают среднее арифметическое значение двух измерений.

По градуировочному графику находят массу хрома в вытяжке.

6.1.4. Построение градуировочного графика

В фарфоровые чашки вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 см³ стандартного раствора хрома (раствор Б), что соответствует 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003 мг хрома, добавляют 10 см³ дистиллированной воды, 0,5 см³ азотной кислоты и далее анализ проводят по п. 6.1.3.

Одновременно готовят два контрольных раствора, не содержащих хрома. Оптическую плотность приготовленных растворов определяют, как указано в п. 6.1.3, по отношению к каждому из двух контрольных растворов.

За оптическую плотность каждого раствора принимают среднее арифметическое значение двух измерений.

Строят градуировочный график, откладывая по оси ординат полученные значения оптических плотностей, по оси абсцисс — соответствующую им массу хрома в миллиграммах.

6.1.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию хрома (X) в вытяжке в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{V},$$

где *m* — масса хрома, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем вытяжки, взятый для анализа, дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,010 мг/дм³ для массовых концентраций хрома 0,05—0,10 мг/дм³, и 0,015 мг/дм³ для массовых концентраций хрома 0,10—0,30 мг/дм³ при доверительной вероятности 0,95.

(Продолжение см. с. 273)

6.2. Фотометрический метод определения хрома с окислением надсернистым аммонием

6.2.1. *Сущность метода*

Метод основан на каталитическом окислении хрома (III) до хрома (IV) надсернистым аммонием в присутствии ионов серебра или кобальта с последующим окислением дифенилкарбазида с образованием комплексного соединения и измерении оптической плотности полученного раствора розово-фиолетового цвета.

6.2.2. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой концентрацией 2,5 г/дм³ или кобальт сернистый по ГОСТ 4462—78, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с массовой долей 4 %.

1,5-дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ в смеси уксусная кислота—спирт в соотношении 1:10.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, стандартные растворы по п. 6.1.2.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 245—76, раствор насыщенный, профильтрованный.

Примечание. Все реактивы должны быть квалификации не ниже ч.д.а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

6.2.3. *Проведение анализа*

50 см³ уксуснокислой вытяжки отбирают в стакан, приливают 1,5 см³ концентрированной серной кислоты, выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 40 см³ горячей дистиллированной воды, приливают 10 см³ раствора надсернистого аммония, 0,5 см³ азотнокислого серебра или 1,0 см³ раствора сернистого кобальта и кипятят 25 мин. После охлаждения полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки и содержимое тщательно перемешивают, затем в мерную колбу вместимостью 25 см³ вносят 20 см³ полученного раствора, приливают 1 см³ однозамещенного фосфорнокислого натрия, 0,4 см³ раствора дифенилкарбазида, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Одновременно готовят два контрольных раствора, где вместо уксусной вытяжки используют раствор уксусной кислоты.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность приготовленного раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм при длине волны 540 нм по отношению к каждому из двух контрольных растворов.

За оптическую плотность анализируемого раствора принимают среднее арифметическое значение двух измерений.

По градуировочному графику находят массу хрома в вытяжке.

6.2.4. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 25 см³ вносят 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 см³ стандартного раствора хрома (раствор Б), что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,002 мг хрома, добавляют 15 см³ дистиллированной воды, 0,5 см³ раствора серной кислоты, 1 см³ однозамещенного фосфорнокислого натрия, 0,4 см³ раствора дифенилкарбазида, тщательно перемешивают содержимое колб после до-

(Продолжение см. с. 274)

бавления каждого из реактивов. Раствор в колбах доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий хрома.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность приготовленных растворов на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм при длине волны 540 нм по отношению к контрольному раствору.

Оптическую плотность каждого раствора измеряют два раза.

За оптическую плотность раствора принимают среднее арифметическое значение двух измерений.

Строят градуировочный график, откладывая по оси ординат полученные значения оптических плотностей, по оси абсцисс — соответствующую им массу хрома в миллиграммах.

6.2.5. *Обработка результатов*

Массовую концентрацию хрома (X) в вытяжке в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 5}{V},$$

где m — масса хрома, найденная по графику, мг;

V — объем вытяжки, взятой для анализа, дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать указанных в п. 6.1.5.

6.3. Атомно-абсорбционный метод

6.3.1. *Сущность метода*

Метод основан на селективном поглощении (абсорбции) атомным паром хрома резонансного излучения, испускаемого спектральной лампой при введении анализируемых растворов в пламя ацетилен—воздух.

6.3.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, растворы по п.6.1.2.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с массовой долей 4 %.

Оксид лантана; раствор с массовой концентрацией лантана 100 г/дм³: 117 г оксида лантана растворяют в 400 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты, охлаждают, разбавляют до 1 дм³ дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Примечание. Все реактивы должны быть квалификации не ниже ч.д.а.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

6.3.3. *Проведение анализа*

300 см³ вытяжки помещают в стакан и упаривают до 10—15 см³, прибавляют 3—5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,5 см³ перекиси водорода, осторожно нагревают до полного разложения перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, прибавляют 2,5 см³ раствора лантана и доводят содержимое в колбе дистиллированной водой до метки. Растворы распыляют в восстановительном воздушно-ацетиленовом пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию хрома при длине волны 357,9 нм. При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора.

Одновременно готовят контрольный раствор, где вместо уксусной вытяжки используют раствор уксусной кислоты.

Каждый раствор (анализуемый и контрольный) фотометрируют два раза и вычисляют среднее арифметическое значение абсорбции.

По найденному значению абсорбции анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции контрольного раствора по градуировочному графику находят массу хрома в вытяжке.

6.3.4. *Построение градуировочного графика*

(Продолжение см. с. 275)

(Продолжение изменения к ГОСТ 24295—80)

В стаканы вместимостью 50—100 см³ вносят 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 см³ стандартного раствора хрома (раствор А), что соответствует 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,4 мг хрома, приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,5 см³ перекиси водорода, осторожно нагревают до полного разложения перекиси водорода, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ раствора лантана и доводят содержимое в колбе дистиллированной водой до метки; измеряют абсорбцию по п. 6.3.3.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий хрома.

Каждый приготовленный раствор фотометрируют два раза и вычисляют среднее арифметическое значение абсорбции.

Строят градуировочный график, откладывая по оси ординат полученные значения абсорбции растворов, содержащих хром за вычетом значения абсорбции контрольного раствора, по оси абсцисс — соответствующую им массу хрома в миллиграммах.

(Продолжение см. с. 276)

(Продолжение изменения к ГОСТ 24295—80)

6.3.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию хрома (X) в вытяжке в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,25 \cdot m}{V},$$

где m — масса хрома, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем вытяжки, взятой для анализа, дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать указанных в п. 6.1.5».

(ИУС № 9 1989 г.)