

**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 см<sup>3</sup>.

Вводную часть дополнить словами: «хрома 0,05—0,30 мг/дм<sup>3</sup>».

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 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74.

Стаканы центрифужные вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup> в ацетоне.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Квасцы железоаммонийные, раствор с массовой концентрацией 90 г/дм<sup>3</sup>; 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 см<sup>3</sup>.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Стандартный раствор хрома (раствор А) с массовой концентрацией хрома 0,1 мг/см<sup>3</sup>; 0,2829 г двуххромовокислого калия, просушенного при температуре 180 °С до постоянной массы, помещают в колбу вместимостью 1,0 дм<sup>3</sup>, 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/см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на кипящей водяной бане досуха. В чашку добавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 0,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, тщательно перемешивая переводят содержимое чашки в раствор. Добавляют 1,5 см<sup>3</sup> раствора железоаммонийных квасцов и нейтрализуют содержимое чашки до рН = 7—8 раствором гидроксида натрия с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> прозрачного центрифугата переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора однозамещенного фосфорнокислого натрия, 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> стандартного раствора хрома (раствор Б), что соответствует 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003 мг хрома, добавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 0,5 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

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

$V$  — объем вытяжки, взятый для анализа, дм<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,010 мг/дм<sup>3</sup> для массовых концентраций хрома 0,05—0,10 мг/дм<sup>3</sup>, и 0,015 мг/дм<sup>3</sup> для массовых концентраций хрома 0,10—0,30 мг/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой концентрацией 2,5 г/дм<sup>3</sup> или кобальт сернистый по ГОСТ 4462—78, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> уксуснокислой вытяжки отбирают в стакан, приливают 1,5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 40 см<sup>3</sup> горячей дистиллированной воды, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора надсернистого аммония, 0,5 см<sup>3</sup> азотнокислого серебра или 1,0 см<sup>3</sup> раствора сернистого кобальта и кипятят 25 мин. После охлаждения полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки и содержимое тщательно перемешивают, затем в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносят 20 см<sup>3</sup> полученного раствора, приливают 1 см<sup>3</sup> однозамещенного фосфорнокислого натрия, 0,4 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> вносят 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора хрома (раствор Б), что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,002 мг хрома, добавляют 15 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 0,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 1 см<sup>3</sup> однозамещенного фосфорнокислого натрия, 0,4 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

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

$V$  — объем вытяжки, взятой для анализа, дм<sup>3</sup>.

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 двухромовоокислый 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/дм<sup>3</sup>: 117 г оксида лантана растворяют в 400 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 соляной кислоты, охлаждают, разбавляют до 1 дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> вытяжки помещают в стакан и упаривают до 10—15 см<sup>3</sup>, прибавляют 3—5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,5 см<sup>3</sup> перекиси водорода, осторожно нагревают до полного разложения перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, прибавляют 2,5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> вносят 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора хрома (раствор А), что соответствует 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,4 мг хрома, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,5 см<sup>3</sup> перекиси водорода, осторожно нагревают до полного разложения перекиси водорода, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> 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, дм<sup>3</sup>.

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.)