



中华人民共和国国家标准

GB/T 12687.5—90

农用硝酸稀土化学分析方法 二苯氨基脲分光光度法测定铬含量

Chemical analysis of nitrate of rare earth for agriculture—
Determination of chrome content-sys—Diphenyl carbazide
spectrophotometric method

1990-12-30 发布

1992-01-01 实施

国家技术监督局发布

中华人民共和国国家标准

农用硝酸稀土化学分析方法 二苯氨基脲分光光度法测定铬含量

GB/T 12687.5—90

Chemical analysis of nitrate of rare earth for agriculture—
Determination of chrome content-sys—Diphenyl carbazole
spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了农用硝酸稀土中铬含量的测定方法。

本标准适用于农用硝酸稀土中铬含量的测定, 测定范围: 0.0003%~0.01%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用稀硝酸溶解, 将高价铬还原成低价, 氨水沉淀稀土和铬, 分离除去碱土金属。在硫酸介质中, 用三氯甲烷萃取三苄基胺与铬(VI)形成的离子缔合物, 用过氧化氢溶液反萃取, 再用高锰酸钾氧化。铬(VI)与二苯氨基脲生成可溶性紫红色络合物, 于分光光度计波长 542 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸, 用石英或硬质玻璃蒸馏器 121 ℃恒沸蒸馏一次。蒸馏速度不大于 100 mL/h。

4.2 过氧化氢(30%)。

4.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

4.4 三氯甲烷。

4.5 硫酸(1+1)。

4.6 硫酸 [$c(H_2SO_4) = 2.5 \text{ mol/L}$]。

4.7 磷酸(1+1)。

4.8 氨水(2%)。

4.9 高锰酸钾溶液(5 g/L), 贮存于棕色瓶中。

4.10 尿素溶液(100 g/L), 有效期一周。

4.11 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

4.12 亚硝酸钠溶液(10 g/L), 贮存于棕色瓶中, 有效期 2~3 周。

4.13 二苯氨基脲溶液: 1 g 二苯氨基脲溶于 100 mL 丙酮-乙酸溶液(94+6)中。

4.14 三苄基胺—三氯甲烷溶液: 3 g 三苄基胺溶于 100 mL 三氯甲烷中。