

Średnich wyników wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych odpowiednie wartości absorpcji, a na osi odciętych zawartości chromu w gramach. Krzywa wzorcowa powinna być wykreślona każdorazowo po zmianie dwufenylokarbazydu.

2.5. wykonanie oznaczenia. 1 g próbki odważyć do kolbki stożkowej pojemności 300 ml, dodać 30 ml kwasu solnego /1,18/, 5 ml kwasu azotowego /1,4/ i rozpuszczać na zimno. Po zaprzestaniu reakcji, kolbkę nakryć szkiełkiem zegarkowym, lekko ogrzać do całkowitego rozpuszczenia, po czym szybko oziębć. W przypadku, gdy próbka trudno się rozpuszcza, należy zawartość kolbki podgrzać silnie i odparować do sucha.

Po dodaniu 30 ml kwasu solnego i 5 ml kwasu azotowego rozpuścić osad, ogrzać lekko, unikając strąty kwasów i szybko oziębć. Celem oddzielenia żelaza, roztwór przenieść do rozdzielacza pojemności 100 ml, opłukać kolbkę 50 ml octanu izobutyloвого, przelać octan do rozdzielacza. Zawartość rozdzielacza wytrząsać w ciągu 30 sekund, po czym pozostawić do rozdzielenia się warstw. Dolną wodną warstwę przelać do kolbki stożkowej, w której rozpuszczano próbkę, odparować do sucha, wysuszyć w ciągu 1 minuty w temp. 300°C na płycie grzejnej. Po oziębieniu, dodać 5 ml kwasu azotowego, ogrzać do rozpuszczenia się osadu, gotować w ciągu 3 minut. Następnie dodać 5 ml kwasu nadchlorowego, nakryć kolbkę suchym szkiełkiem zegarkowym i odparować do dymów.

Roztwór pozostawić w temperaturze wrzenia do czasu aż faza parowania wewnątrz zlewki rozjaśni się, po czym ogrzewać jeszcze przez następne 40 sekund i szybko oziębć.

Do roztworu dodać 40 ml wody i kroplami nadmanganianu potasowego do uzyskania stałego różowego zabarwienia /ok 2-3 krople/, po czym jeszcze 0,3 ml w nadmiarze.

Zawartość kolby podgrzać do wrzenia i gotować 2 minuty. Po oziębieniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 ml, dopełnić wodą do kreski, wymieszać. Część roztworu odłączyć do suchej zlewki, odrzucając pierwszą porcję kilku mililitrów. Z otrzymanego przesączu odmierzyć pipetą 10 ml, przenieść do kolbki pomiarowej pojemności 50 ml, dodać 10 ml 2,5 - procentowego roztworu kwasu fosforowego, 5 ml roztworu dwufenylokarbazydu i dopełnić wodą do kreski.

Po upływie 15 minut od przygotowania roztworu zmierzyć absorpcję w stosunku do wody przy długości fali 530 lub 540 nm, stosując kuwety o następującej grubości warstwy

od 0,002 % do 0,04 % Cr - kuwety 50 mm

powyżej 0,04 % do 0,10 % Cr - kuwety 20 mm

Jednocześnie z analizą badanej próbki wykonać ślepe próby, przeprowadzając przez wszystkie stadia analizy takie same ilości odczynników lecz bez próbki badanej.

Wartość ślepej próby uwzględnić w końcowych obliczeniach na zawartość chromu.

2.6. Obliczanie wyników

Zawartość chromu /X/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{b \cdot 100}{a}$$

w którym

b - zawartość chromu, odczytana z krzywej wzorcowej, g

a - odważka próbki, odpowiadająca pobranej części roztworu, g

2.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników pięciu równoległych oznaczeń, wykonanych z tej samej próbki, między którymi różnice nie przekraczają następujących wartości przy zawartości chromu .

do 0,04 % - 0,002 %

powyżej 0,04 do 0,10 % - 0,004 %