УДК 666.76:543.06:006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

## Методы определения окиси хрома

Refractory materials and products. Methods for the determination of chrome oxide

ОКСТУ 1509

ГОСТ 2642.9—86

(СТ СЭВ 2219—80)

Взамен ГОСТ 2642.9—81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1312 срок действия установлен

с 01.07.81

до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорные материалы и изделия магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные и хромсодержащие и устанавливает титриметрические методы определения окиси хрома при массовой доле от 1 до 65%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2219—80.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

### 2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ХРОМА

**(при массовой доле окиси хрома от 1 до 65%)**

2.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении материала сплавлением со смесью углекислого натрия, безводного тетраборнокислого натрия и углекислого калия (1:1:1), переведении хрома в шестивалентное состояние и прямом титровании раствором соли Мора, используя в качестве индикатора щелочной раствор фенилантраниловой кислоты.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором с нагревом до 1000—1100 °С.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при (400±20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221—76.

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия, безводного тетраборнокислого натрия и углекислого калия в соотношении 1:1:1.

Тигли платиновые № 100—7 и 100—10 по ГОСТ 6563—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:5.

Калия бихромат по ГОСТ 4220—75, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм$^3$ готовят из дважды перекристаллизованной соли: 4,903 г бихромата калия, высушенного при (200±5) °С до постоянной массы, растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм$^3$: 39,2 г соли Мора растворяют в 500 см$^3$ воды, прибавляют 100 см$^3$ серной кислоты, охлаждают и доводят водой до 1000 см$^3$, перемешивают.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм$^3$: 19,6 г соли Мора растворяют в 500 см$^3$ воды, прибавляют 100 см$^3$ серной кислоты, охлаждают, доводят водой до 1000 см$^3$ и перемешивают.

Кислота фенилантраниловая: 0,2 г углекислого натрия растворяют в 50 см$^3$ воды, нагретой до 40—50 °С, прибавляют 0,2 г фенилантраниловой кислоты и доводят водой до 100 см$^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:4.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490—75, 0,02 моль/дм$^3$ раствор: 3,2 г марганцевокислого калия растворяют в 1000 см$^3$ воды, нагревают до кипения, охлаждают и переливают в бутыль из темного стекла. Оставляют стоять несколько дней. Затем раствор осторожно сливают или фильтруют через стеклянный фильтр.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают по раствору бихромата калия: отбирают в коническую колбу вместимостью 300 см$^3$ 10 см$^3$ раствора бихромата калия, приливают примерно 100 см$^3$ воды, 15 см$^3$ серной кислоты, 5—6 капель индикатора — фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода окраски из винно-красной в ярко-зеленую.

Массовую концентрацию раствора соли Мора ($C$) в г/см³ окиси хрома вычисляют по формуле

$$C = \frac{10 \cdot 0{,}002533}{V},$$

где $V$ — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³;

10 — объем раствора бихромата калия, взятый для титрования, см³;

0,002533 — теоретическая массовая концентрация точно 0,1 моль/дм³ раствора бихромата калия по окиси хрома, г/см³.

2.3. **Проведение анализа**

Навеску пробы массой 0,5 г (при массовой доле окиси хрома до 5 %), массой 0,2 г (при массовой доле окиси хрома до 30 %) или массой 0,1 г (при массовой доле окиси хрома свыше 30 %) смешивают в платиновом тигле с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при (1000±50) °С в течение 20—50 мин до полного разложения навески пробы.

Остывший сплав вместе с тиглем опускают в стакан, в который предварительно налито 90 см³ серной кислоты (1:5) и 2—3 см³ 0,02 моль/дм³ раствора марганцевокислого калия. Стакан помещают на электроплитку со слабым нагревом и греют до полного растворения сплава.

После растворения сплава вынимают тигель, ополоснув его водой, прибавляют 10 см³ соляной кислоты (1:4) и кипятят 5—7 мин после исчезновения окраски перманганата калия.

Остывший раствор титруют раствором соли Мора (0,05 моль/дм³ при массовой доле окиси хрома до 5 % и 0,1 моль/дм³ — при массовой доле окиси хрома свыше 5 %), используя в качестве индикатора 5—6 капель щелочного раствора фенилантраниловой кислоты до перехода винно-красной окраски раствора в ярко-зеленую.

2.4. **Обработка результатов**

2.4.1. Массовую долю окиси хрома ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot C \cdot 100}{m},$$

где $V$ — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³;

$C$ — массовая концентрация раствора соли Мора, г/см³ окиси хрома;

$m$ — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допустимых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля окиси хрома, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| От 1,0 до 2,0 включ. | 0,10 |
| Св. 2,0 » 5,0 » | 0,15 |
| » 5,0 » 10,0 » | 0,20 |
| » 10,0 » 25,0 » | 0,30 |
| » 25,0 » 65,0 » | 0,4 |

## 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ХРОМА В ХРОМСОДЕРЖАЩИХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ И ХРОМОВЫХ РУДАХ

**(при массовой доле окиси хрома свыше 2%)**

3.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении материала сплавлением со смесью тетраборнокислого натрия и углекислого натрия. Сплав растворяют в серной кислоте. Хром окисляют надсернокислым аммонием в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора. Шестивалентный хром определяют обратным титрованием избытка раствора соли Мора титрованным раствором марганцевокислого калия. При отсутствии ванадия возможно прямое титрование раствором соли Мора в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия.

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Чашка платиновая № 118—3 по ГОСТ 6563—75.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают в платиновой чашке на электрической плитке и потом в электрической печи при постепенном повышении температуры от 600 до (900±50) °С. Полученный плавленый тетраборнокислый натрий охлаждают, растирают в порошок и сохраняют в банке для сыпучего материала или в эксикаторе.

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и безводного тетраборнокислого натрия в соотношении 2:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 10 г/дм$^3$.

Для повышения его устойчивости в приготовленный раствор добавляют несколько капель азотной кислоты (из расчета 0,5 см$^3$ на 1000 см$^3$ раствора). Раствор хранят в сосуде из темного стекла.

Марганец (II) сернокислый, 5-водный по ГОСТ 435—77, раствор 1 г/дм$^3$.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор 50 г/дм³.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Дифениламиносульфонат натрия, раствор 10 г/дм³ в серной кислоте.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм³: 39,216 г соли Мора растворяют в 500 см³ свежепрокипяченной охлажденной воды, добавляют 50 см³ серной кислоты и доводят водой до 1000 см³, перемешивают.

Натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839—77.

Калия бихромат по ГОСТ 4220—75, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм³: 4,904 г бихромата калия растворяют водой и доводят до 1000 см³.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490—75, 0,02 моль/дм³ раствор: 3,161 г марганцевокислого калия растворяют в 1000 см³ воды; раствор нагревают до кипения, охлаждают и оставляют стоять несколько дней. Затем раствор осторожно сливают в чистый сосуд из темного стекла или фильтруют через стеклянный фильтр.

Массовую концентрацию этого раствора устанавливают по щавелевокислому натрию: навеску массой 0,2 г щавелевокислого натрия, высушенного при (100±5) °С до постоянной массы, растворяют при осторожном нагревании в 75 см³ свежепрокипяченной и охлажденной воды. К раствору прибавляют 15 см³ серной кислоты, нагревают до 70—80 °С и титруют 0,02 моль/дм³ раствором марганцевокислого калия до появленния розовой окраски, устойчивой в течение 1—2 мин. Избыток 0,02 моль/дм³ раствора марганцевокислого калия, необходимый для появления розовой окраски, устанавливают в контрольном опыте и вычитают его из объема 0,02 моль/дм³ марганцевокислого калия, израсходованного на титрование при установке титра.

Массовую концентрацию 0,02 моль/дм³ раствора марганцевокислого калия ($C_1$) в г/см³ окиси хрома вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 0{,}3781}{V - V_1},$$

где $m$ — масса навески щавелевокислого натрия, г;

0,3781 — коэффициент пересчета щавелевокислого натрия на окись хрома;

$V$ — объем 0,02 моль/дм³ раствора марганцевокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

$V_1$ — объем 0,02 моль/дм³ раствора марганцевокислого калия, израсходованный на контрольный опыт, см³.

3.3. **Проведение анализа**

Навеску хромовой руды, хромомагнезита массой 0,1 г или 0,2 г магнезитохромитового материала смешивают в платиновом тигле с 6 г смеси для сплавления и сплавляют в течение 1 ч при (1100±50) °С до образования прозрачного расплава.

Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют сплав в 50 см³ серной кислоты (1:3) при нагревании. После растворения тигель обмывают водой, раствор доводят водой до 200 см³, накрывают стакан часовым стеклом и кипятят в течение 5—10 мин. Затем разбавляют водой до 300 см³, помещают в раствор стеклянные бусинки, добавляют 5 см³ раствора азотнокислого серебра, 1 см³ раствора сернокислого марганца и нагревают до кипения. Не прекращая нагрева, вводят в раствор небольшими порциями 3—5 г надсернокислого аммония до появления розовой окраски перманганата, что указывает на полное окисление хрома до шестивалентного.

Кипятят 10 мин, поддерживая объем раствора постоянным, добавляют 5 см³ раствора хлористого натрия, кипятят 5—10 мин до разрушения розовой окраски и коагуляции осадка хлористого серебра.

Раствор охлаждают, добавляют из бюретки 0,1 моль/дм³ раствор соли Мора до перехода оранжевой окраски в зеленую и еще в избыток несколько кубических сантиметров этого раствора и 3 см³ ортофосфорной кислоты.

Избыток 0,1 моль/дм³ раствора соли Мора оттитровывают 0,02 моль/дм³ раствором марганцевокислого калия до появления розовой окраски, устойчивой в течение 1—2 мин (объем $V_2$). Затем к оттитрованному раствору добавляют из бюретки первоначальное количество 0,1 моль/дм³ раствора соли Мора и раствор повторно титруют 0,02 моль/дм³ раствором марганцевокислого калия до появления устойчивой розовой окраски (объем $V_3$).

В случае отсутствия ванадия в пробе возможно прямое титрование 0,1 моль/дм³ раствором соли Мора с применением раствора дифениламиносульфоната натрия в качестве индикатора.

Для этого раствор после коагуляции осадка хлористого серебра охлаждают, добавляют 3—5 см³ ортофосфорной кислоты, 1—2 капли индикатора дифениламиносульфоната натрия и титруют 0,1 моль/дм³ раствором соли Мора до перехода окраски из красно-фиолетовой в зеленую. Массовую концентрацию 0,1 моль/дм³ раствора соли Мора по окиси хрома устанавливают по бихромату калия в тех же условиях.

Вместо визуальной индикации точки эквивалентности можно применять потенциометрическую индикацию.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю окиси хрома при обратном титровании ($X_1$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_3 - V_2) \cdot C_1}{m} \cdot 100,$$

где $V_3$ — объем 0,02 моль/дм³ раствора марганцевокислого калия, израсходованный на титрование 0,1 моль/дм³ раствора соли Мора, см³;

$V_2$ — объем 0,02 моль/дм³ раствора марганцевокислого калия, израсходованный на титрование избыточного количества соли Мора, см³;

$C_1$ — массовая концентрация 0,02 моль/дм³ раствора марганцевокислого калия, г/см³ окиси хрома;

$m$ — масса навески, г.

3.4.2. Массовую долю окиси хрома при прямом титровании ($X_2$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_4 \cdot C}{m} \cdot 100,$$

где $V_4$ — объем 0,1 моль/дм³ раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³;

$C$ — массовая концентрация 0,1 моль/дм³ раствора соли Мора, г/см³ окиси хрома;

$m$ — масса навески, г.

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля окиси хрома, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| Св. 2,0 до 5,0 включ. | 0,10 |
| » 5,0 » 10,0 | 0,20 |
| » 10,0 » 30,0 | 0,30 |
| » 30,0 | 0,4 |

## 4. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ХРОМА

**(при массовой доле окиси хрома от 5 до 65%)**

4.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении материала смесью серной и ортофосфорной кислот при нагревании, окислении хрома до шестивалентного состояния и прямом его титровании раствором соли Мора в присутствии индикатора фенилантраниловой кислоты.

4.2. **Реактивы и растворы**

Термометр ртутный технический стеклянный с ценой деления не более 5 °С по ГОСТ 2823—73.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь кислот: в 700 см³ ортофосфорной кислоты осторожно по стеклянной палочке и при помешивании добавляют 300 см³ серной кислоты, перемешивают, охлаждают.

Марганец II сернокислый 5-водный по ГОСТ 435—77, раствор 10 г/дм³.

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462—78.

Никель сернокислый по ГОСТ 4465—74.

Катализатор кобальто-никелевый: 15 г сернокислого кобальта и 15 г сернокислого никеля помещают в стакан вместимостью 1000 см³ и растворяют при помешивании в 600—700 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 30 см³ раствора сернокислого марганца, доводят до метки водой, перемешивают.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 40 г/дм³: 40 г кристаллического надсернокислого аммония растворяют в 1000 см³ воды. Раствор устойчив в течение 5—6 дней.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Кислота фенилантраниловая: 0,2 г углекислого натрия растворяют в 50 см³ воды, нагретой до 40—50 °С, прибавляют 0,2 г фенилантраниловой кислоты, доводят водой до 100 см³, перемешивают.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—78, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм³ готовят по п. 2.2.

Калия бихромат по ГОСТ 4220—75, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм³: 4,903 г калия бихромата, дважды перекристаллизованного и высушенного при (200±5) °С до постоянной массы, растворяют в 500—600 см³ воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доливают до метки, перемешивают.

4.2.1. Установка массовой концентрации раствора соли Мора по окиси хрома

20 см³ раствора бихромата калия отбирают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ воды, 5 см³ смеси кислот ортофосфорной и серной, 5—6 капель раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода винно-красной окраски в ярко-зеленую.

Массовую концентрацию раствора соли Мора ($C$) в г/см³ окиси хрома вычисляют по формуле

$$C = \frac{20 \cdot 0{,}002533}{V},$$

где 20 — объем раствора соли Мора, взятый для титрования, см³;

0,002533 — теоретическая массовая концентрация точно 0,1 моль/дм³ раствора бихромата калия по окиси хрома, г/см³;

$V$ — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³.

4.3. **Проведение анализа**

Навеску пробы массой 0,1—0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (колба из термостойкого стекла), приливают 20 см³ смеси кислот ортофосфорной и серной, нагревают на электроплитке закрытого типа с равномерным нагревом при температуре не ниже (370±5) °С до полного разложения навески. Температуру контролируют термометром в смеси кислот, нагреваемой в условиях проведения анализа, без навески материала. Признаком полноты растворения является отсутствие темных частичек пробы на дне колбы (контроль полноты растворения производят при помощи зеркала).

Колбу с раствором охлаждают на листе асбеста, приливают 100—110 см³ раствора надсернокислого аммония и 10 см³ раствора кобальто-никелевого катализатора, перемешивают и нагревают до появления малиновой окраски, что свидетельствует о полном окислении хрома (III).

Раствор кипятят в течение 12—15 мин до прекращения выделения пузырьков газа, прибавляют 5—10 капель соляной кислоты и снова кипятят до исчезновения малиновой окраски и удаления хлора (5—6 мин).

Раствор охлаждают, приливают 5—6 капель раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода винно-красной окраски раствора в ярко-зеленую.

4.4. **Обработка результатов**

4.4.1. Массовую долю окиси хрома ($X_3$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot C \cdot 100}{m},$$

где $V$ — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³;

$C$ — массовая концентрация раствора соли Мора, г/см³ окиси хрома;

$m$ — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

**Изменение № 1 ГОСТ 2642.9—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси хрома**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 119**

**Дата введения 01.07.92**

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «**Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окиси хрома**

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of chrome oxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 2219—80).**

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, магнезиально-известковые, глиноземоизвестковые, алюмосиликатные и хромсодержащие и устанавливает методы определения окиси хрома:

титриметрические при массовых долях окиси хрома от 1 до 65 %, от 5 до 65 % (ускоренный) и свыше 2 % для хромсодержащих;

атомно-абсорбционный при массовой доле окиси хрома от 0,1 до 10 %»;

второй абзац исключить.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси хрома приведены в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля окиси хрома, % | Нормы точности и нормативы контроля точности, % | | | |
|---|---|---|---|---|
| | $\Delta$ | $d_к$ | $d_д$ | $\delta$ |
| От 0,1 до 0,2 включ. | 0,03 | 0,04 | 0,03 | 0,02 |
| Св. 0,2 » 0,5 » | 0,04 | 0,05 | 0,04 | 0,03 |
| » 0,5 » 1,0 » | 0,06 | 0,08 | 0,06 | 0,04 |
| » 1 » 2 » | 0,08 | 0,11 | 0,09 | 0,06 |
| » 2 » 5 » | 0,13 | 0,17 | 0,14 | 0,09 |
| » 5 » 10 » | 0,19 | 0,24 | 0,20 | 0,12 |
| » 10 » 20 » | 0,3 | 0,4 | 0,3 | 0,2 |
| » 20 » 50 » | 0,4 | 0,5 | 0,4 | 0,3 |
| » 50 » 65 » | 0,6 | 0,7 | 0,6 | 0,4 |

Пункт 3.2. Заменить слова: «раствор 10 г/дм³» на «раствор с массовой долей 1 %» (2 раза); «раствор 1 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,1 %»; «раствор 50 г/дм³» на «раствор с массовой долей 5 %».

Пункт 3.4.3. изложить в новой редакции: «3.4.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси хрома приведены в табл. 1».

Раздел 4. Наименование. Заменить слова: «**Ускоренный метод**» на «**Ускоренный титриметрический метод**».

Пункт 4.2. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Смесь кислот серной и ортофосфорной готовят в соотношении 2:1»;

заменить слова: «раствор 10 г/дм³» на «раствор с массовой долей 1 %»;

дополнить абзацем (после пятого): «Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1 %»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Аммоний надсерно-кислый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой долей 20 %; раствор устойчив в течение 5—6 дней»;

*(Продолжение см. с. 134)*

заменить ссылку: ГОСТ 2823—73 на ГОСТ 28498—90.

Пункт 4.3. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Навеску материала 0,1—0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ смеси серной и ортофосфорной кислот и разлагают при нагревании на электроплитке до полного растворения. После охлаждения приливают 100—150 см³ воды, 15—20 см³ раствора аммония надсерно-кислого, 10 см³ раствора кобальтоникелевого катализатора, перемешивают и нагревают до появления малиновой окраски, что свидетельствует о полном окислении хрома.

Допускается в качестве катализатора использовать раствор серебра азотнокислого в количестве 5 см³».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси хрома приведены в табл. 1».

Стандарт дополнить разделом — 5:

**«5. Атомно-абсорбционный метод определения окиси хрома (при массовой доле окиси хрома от 0,1 до 10 %)**

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции хрома в пламени закись азота-ацетилена при длине волны 357,9 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для хрома.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева (1000±50) °С.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборно-кислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при температуре (400±20) °С.

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и безводного натрия тетраборно-кислого в соотношении 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:3 и 1:20.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой долей 10 %.

Калия бихромат по ГОСТ 4220—75.

Стандартный раствор окиси хрома: 0,1934 г бихромата калия, высушенного при температуре 180—200 °С до постоянной массы, растворяют в 200 см³ воды. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 200 см³ соляной кислоты (1:3), доливают до метки водой и перемешивают (раствор А).

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г окиси хрома. Градуировочный раствор: 20 см³ стандартного раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки соляной кислотой (1:20) и перемешивают (раствор Б).

1 см³ раствора Б содержит 0,00002 г окиси хрома.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску пробы массой 0,25 г сплавляют в платиновом тигле с 2—3 г смеси для сплавления при температуре (1000±50) °С.

Сплав выщелачивают в 50 см³ соляной кислоты (1:3), раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Для определения окиси хрома в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора (в зависимости от массовой доли окиси хрома), приведенную в табл. 3.

Таблица 3

| Массовая доля окиси хрома, % | Аликвотная часть, см³ |
|---|---|
| 0,10—2,0 | 25 |
| 2,0—5,0 | 10 |
| 5,0—10,0 | 5 |

*(Продолжение см. с. 135)*

Добавляют 2,5 см$^3$ раствора хлористого натрия, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:20), перемешивают и измеряют атомную абсорбцию в пламени закись азота-ацетилен при длине волны 357,9 нм.

По найденным значениям абсорбции за вычетом абсорбции контрольного опыта, полученного параллельно с пробами, находят массу окиси хрома по градуировочному графику или по методу ограничивающих растворов.

5.3.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ помещают 1,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см$^3$ градуировочного раствора Б и 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см$^3$ стандартного раствора А, что соответствует 0,00002; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006; 0,0007; 0,0008; 0,0009 и 0,001 г окиси хрома. К растворам добавляют 5 см$^3$ раствора хлористого натрия, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:20), перемешивают и измеряют атомную абсорбцию как указано в п. 5.3.1.

По найденным значениям абсорбции и соответствующим им массам окиси хрома строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю окиси хрома ($X_4$) в процентах определяют по формуле

*(Продолжение см. с. 136)*

$$X_4 = \frac{V \cdot m_1 \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где $V$ — общий объем раствора, см$^3$;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, см$^3$;

$m$ — масса навески, г;

$m_1$ — масса окиси хрома, г, найденная по градуировочному графику или вычисленная по формуле

$$m_1 = q_м + \frac{(q_б - q_м)(A - A_м)}{A_б - A_м},$$

где $q_б$, $q_м$ — большее и меньшее значения массы окиси хрома в соответствующих стандартных растворах;

$A_б$, $A_м$ — большее и меньшее значения атомного поглощения хрома в соответствующих стандартных растворах;

$A$ — атомное поглощение анализируемого раствора.

5.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси хрома приведены в табл. 1».

(ИУС № 5 1992 г.)