

**ОГНЕУПОРЫ  
И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ**

**Методы определения оксида хрома (III)**

Издание официальное

Б31-2000

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
Минск

# ГОСТ 2642.9—97

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации МТК 9;  
Украинским Государственным научно-исследовательским институтом огнеупоров (УкрНИИО)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации  
(протокол № 11 от 23 апреля 1997 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства   | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт                                       |
| Республика Армения         | Армгосстандарт                                      |
| Республика Беларусь        | Госстандарт Беларуси                                |
| Республика Казахстан       | Госстандарт Республики Казахстан                    |
| Киргизская Республика      | Киргизстандарт                                      |
| Российская Федерация       | Госстандарт России                                  |
| Республика Таджикистан     | Таджикгосстандарт                                   |
| Туркменистан               | Главинспекция Туркменистана                         |
| Республика Узбекистан      | Узгосстандарт                                       |
| Украина                    | Госстандарт Украины                                 |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 15 декабря 1999 г. № 513-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.9—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.9—86

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

## Содержание

|   |   |
|---|---|
| 1 Область применения . . . . .  | 1 |
| 2 Нормативные ссылки . . . . .  | 1 |
| 3 Общие требования . . . . .  | 2 |
| 4 Титриметрический метод определения оксида хрома (III) (при массовой доле от 1 до 65 %) . . . . .  | 2 |
| 5 Ускоренный титриметрический метод определения оксида хрома (III) (при массовой доле от 5 до 65 %) . . . . .                               | 3 |
| 6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида хрома (III) (при массовой доле от 0,1 до 10 %) . . . . .                                    | 4 |
| 7 Фотометрический метод определения оксида хрома (III) в высокомагнезиальных огнеупорах и сырье (при массовой доле от 0,1 до 1 %) . . . . . | 6 |

**ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ****Методы определения оксида хрома (III)**

Refractories and refractory raw materials.  
Methods for determination of chrome (III) oxide

Дата введения 2000—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия высокомагнезиальные, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-известковые, глиноземоизвестковые, алюмосиликатные и устанавливает методы определения оксида хрома (III):

- титриметрические — при массовых долях оксида хрома (III) от 1 до 65 % и от 5 до 65 % (ускоренный);
- атомно-абсорбционный — при массовой доле оксида хрома (III) от 0,1 до 10 %;
- фотометрический — при массовой доле оксида хрома (III) от 0,1 до 1 %.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия  
 ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия  
 ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия  
 ГОСТ 435—77 Марганец (II) сернокислый 5-водный. Технические условия  
 ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия  
 ГОСТ 2642.0—86 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа  
 ГОСТ 2642.3—97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кремния (IV)  
 ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия  
 ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия  
 ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия  
 ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия  
 ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия  
 ГОСТ 4220—75 Калий двухромовокислый. Технические условия  
 ГОСТ 4221—76 Калий углекислый. Технические условия  
 ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия  
 ГОСТ 4462—78 Кобальт (II) сернокислый 7-водный. Технические условия  
 ГОСТ 4465—74 Никель (II) сернокислый 7-водный. Технические условия  
 ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия  
 ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия  
 ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)  
 ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия  
 ГОСТ 20478—75 Аммоний надсернокислый. Технические условия  
 ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия.

### 3 Общие требования

Общие требования к методам анализа и безопасности труда — по ГОСТ 2642.0.

### 4 Титриметрический метод определения оксида хрома (III) (при массовой доле от 1 до 65 %)

#### 4.1 Сущность метода

Метод основан на сплавлении навески материала со смесью для сплавления, переведении хрома в шестивалентное состояние и прямом титровании раствором соли Мора с использованием в качестве индикатора фенилантраниловой кислоты.

#### 4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до температуры 1000—1100 °С. Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 обезвоженный при (400±20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

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.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:5.

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

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

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

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:4.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,02 моль/дм<sup>3</sup> раствор: 3,2 г марганцовокислого калия растворяют в 1000 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 10 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия, приливают примерно 100 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> 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  $C$ , г/см<sup>3</sup> оксида хрома (III), вычисляют по формуле

$$C = \frac{10 - 0,002533}{V}, \quad (1)$$

где  $V$  — объем раствора соли Мора, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>;

10 — объем раствора бихромата калия, взятого для титрования, см<sup>3</sup>;

0,002533 — теоретическая массовая концентрация точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора бихромата калия по оксиду хрома (III), г/см<sup>3</sup>.

#### 4.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,5 г (при массовой доле оксида хрома (III) до 5 %), массой 0,2 г (при массовой доле оксида хрома (III) до 30 %) или 0,1 г (при массовой доле оксида хрома (III) свыше 30 %) смешивают в платиновом тигле с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре (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 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:5) и 2—3 см<sup>3</sup> 0,02 моль/дм<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия. Стакан помещают на электроплитку со слабым нагревом и греют до полного растворения сплава.

После растворения сплава вынимают тигель, ополоснув его водой, прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:4) и кипятят 5—7 мин после исчезновения окраски перманганата калия.

Остывший раствор титруют раствором соли Мора (0,05 моль/дм<sup>3</sup>) при массовой доле оксида хрома (III) до 5 % и 0,1 моль/дм<sup>3</sup> при массовой доле оксида хрома (III) выше 5 %), используя в качестве индикатора 5—6 капель щелочного раствора фенилантраниловой кислоты до перехода винно-красной окраски раствора в ярко-зеленую.

#### 4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю оксида хрома  $X, \%$ , вычисляют по формуле

$$X = \frac{VC}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $V$  — объем раствора соли Мора, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>;

$C$  — массовая концентрация раствора соли Мора по оксиду хрома (III), г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

4.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида хрома (III) приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

| Массовая доля оксида хрома (III) | Нормы точности и нормативы контроля точности |       |       |          |
|----------------------------------|--|-------|-------|----------|
|                                  | $\Delta$                                     | $d_1$ | $d_2$ | $\delta$ |
| 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      |

### 5 Ускоренный титриметрический метод определения оксида хрома (III) (при массовой доле от 5 до 65 %)

#### 5.1 Сущность метода

Метод основан на разложении навески 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.

#### 5.2 Аппаратура, реагенты и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь кислот серной и ортофосфорной, готовят в соотношении 2:1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой долей 1 %.

Марганец (II) сернокислый 5-водный по ГОСТ 435, раствор массовой долей 10 %.

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462.

Никель сернокислый по ГОСТ 4465.

Катализатор кобальтоникелевый: 15 г сернокислого кобальта и 15 г сернокислого никеля помещают в стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют при помешивании в 600—700 см<sup>3</sup> воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> раствора сернокислого марганца, доводят до метки водой, перемешивают.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор массовой долей 20 %, раствор устойчив в течение 5—6 дней.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота фенилантраниловая: 0,2 г углекислого натрия растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, нагретой до 40—50 °C, прибавляют 0,2 г фенилантраниловой кислоты, доводят водой до 100 см<sup>3</sup>, перемешивают.

Соль оксида железа (II) и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup> готовят по 4.2.

Калия бихромат по ГОСТ 4220, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: 4,903 г калия бихромата, дважды перекристаллизованного и высущенного при температуре (200±5) °C до постоянной массы, растворяют в 500—600 см<sup>3</sup> воды в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки, перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают по раствору бихромата калия: 20 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия отбирают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> 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  $C$ , г/см<sup>3</sup> оксида хрома (III), вычисляют по формуле

$$C = \frac{20 \cdot 0,002533}{V}, \quad (3)$$

где 20 — объем раствора соли Мора, взятого на титрование, см<sup>3</sup>;

0,002533 — теоретическая массовая концентрация точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора бихромата калия по оксиду хрома (III), г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора соли Мора, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>.

### 5.3 Проведение анализа

Навеску материала 0,1—0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> смеси серной и ортофосфорной кислот и разлагают при нагревании на электроплитке до полного разложения пробы. После охлаждения приливают 100—150 см<sup>3</sup> воды, 15—20 см<sup>3</sup> раствора аммония надсернокислого, 10 см<sup>3</sup> раствора кобальтникелевого 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 см<sup>3</sup>.

Раствор кипятят в течение 12—15 мин до полного 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 в ярко-зеленую.

### 5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю оксида хрома (III)  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{VC}{m} \cdot 100, \quad (4)$$

где  $V$  — объем раствора соли Мора, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>;

$C$  — массовая концентрация раствора соли Мора по оксиду хрома (III), г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида хрома (III) приведены в таблице 1.

## 6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида хрома (III) (при массовой доле от 0,1 до 10 %)

### 6.1 Сущность метода

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

## 6.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для хрома.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Печь муфельная, обеспечивающая нагрев до температуры  $(1000 \pm 50)$  °С.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре  $(400 \pm 20)$  °С.

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

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

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

Калия бихромат по ГОСТ 4220.

Стандартный раствор оксида хрома (III): 0,1934 г бихромата калия, высущенного при температуре 180—200 °С до постоянной массы, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 200 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3), доливают до метки водой и перемешивают (раствор А).

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г оксида хрома (III).

Градуировочный раствор: 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки соляной кислотой (1:20) и перемешивают (раствор Б).

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,00002 г оксида хрома (III).

## 6.3 Проведение анализа

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

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

Для определения оксида хрома (III) в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают аликовую часть раствора в зависимости от массовой доли оксида хрома (III), приведенную в таблице 2.

Таблица 2

| Массовая доля оксида хрома (III), % | Аликовая часть, см <sup>3</sup> |
|-------------------------------------|---------------------------------|
| От 0,10 до 2,0 включ.               | 25                              |
| Св. 2,0   » 5,0   »                 | 10                              |
| » 5,0   » 10,0   »                  | 5                               |

Добавляют 2,5 см<sup>3</sup> 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, проведенного параллельно с пробами, находят массу оксида хрома (III) по градуировочному графику или по методу ограничивающих растворов.

### 6.3.2 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см<sup>3</sup> градуировочного раствора Б и 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см<sup>3</sup> 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 оксида хрома (III). К растворам добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:20), перемешивают и измеряют атомную абсорбцию, как указано в 6.3.1.

По найденным значениям абсорбции и соответствующим им массам оксида хрома (III) строят градуировочный график.

## 6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю оксида хрома (III)  $X_2$ , %, находят по формуле

$$X_2 = \frac{V m_1}{V_1 m} \cdot 100, \quad (5)$$

где  $V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$V_1$  — объем аликовой части раствора, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса оксида хрома (III), г, найденная по градуировочному графику или вычисленная по формуле

$$m_1 = q_m + \frac{(q_b - q_m)(A - A_m)}{A_b - A_m}, \quad (6)$$

где  $q_b$  и  $q_m$  — большие и меньшие значения массы оксида хрома (III) в соответствующих стандартных растворах, г;

$A_b$  и  $A_m$  — большие и меньшие значения атомного поглощения хрома в соответствующих стандартных растворах;

$A$  — атомное поглощение анализируемого раствора.

6.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида хрома (III) приведены в таблице 1.

## 7 Фотометрический метод определения оксида хрома (III) в высокомагнезиальных огнеупорах и сырье (при массовой доле от 0,1 до 1 %)

### 7.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности фиолетового комплекса, образованного трехвалентным хромом с трилоном Б, при длине волны 540 нм.

### 7.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотозелектрический лабораторный.

Печь муфельная, обеспечивающая нагрев до температуры  $(1000 \pm 50)$  °C.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре  $(400 \pm 20)$  °C.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 1:3.

Калия бихромат по ГОСТ 4220.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор массовой долей 30 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Раствор буферный с pH 4,0: 120 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, добавляют 300 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и доводят до 1 дм<sup>3</sup>.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N"-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор массовой долей 10 %.

Стандартный раствор оксида хрома массовой концентрации 0,001 г/см<sup>3</sup>: 1,935 г бихромата калия, высушенного до постоянной массы при температуре 180—200 °C, растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 200 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3), доводят до метки водой и перемешивают.

### 7.3 Проведение анализа

7.3.1 Навеску пробы массой 0,5 г сплавляют в платиновом тигле с 2—3 г смеси для сплавления при температуре  $(1000 \pm 50)$  °C. Сплав растворяют в 60 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:3), раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

Допускается использовать аликовитную часть раствора после отделения оксида кремния (IV) по ГОСТ 2642.3, раздел 9.

Для определения оксида хрома (III) в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают аликовитную часть раствора, равную 50 см<sup>3</sup>, добавляют одну каплю пероксида водорода, нейтрализуют раствором аммиака до выпадения в осадок гидроксидов. Затем осадок растворяют соляной кислотой (1:1) и прибавляют еще 5 капель кислоты в избыток и приливают 10 см<sup>3</sup> раствора трилана Б. Накрывают стакан часовым стеклом, нагревают до кипения и выдерживают на плитке со слабым нагревом в течение 15 мин. Добавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора с pH 4,0, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 540 нм в кювете толщиной слоя 30 мм, раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реагенты.

7.3.2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеряют аликовотные части стандартного раствора: 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 см<sup>3</sup>, что соответствует 0,001; 0,003; 0,005; 0,007; 0,01 г оксида хрома (III). Разбавляют водой приблизительно до 20—25 см<sup>3</sup>, добавляют по одной капле пероксида водорода, нейтрализуют раствором аммиака до выпадения гидроксидов (изменение окраски раствора с голубого до желтого) и далее анализ ведут по 7.3.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам оксида хрома (III) в миллиграммах строят градуировочный график и рассчитывают константу метода

$$K = \frac{a}{D}, \quad (7)$$

где  $a$  — масса оксида хрома (III), находящегося в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, мг;

$D$  — оптическая плотность раствора.

При выполнении всех условий, указанных выше, значения  $K$  должны быть одинаковыми для каждой точки градуировочного графика.

#### 7.4 Обработка результатов

7.4.1 Массовую долю оксида хрома (III)  $X_3$ , %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{D K V}{m V_1 1000} \cdot 100, \quad (8)$$

где  $D$  — оптическая плотность раствора анализируемого образца;

$K$  — константа метода, вычисленная по 7.3.2;

$V$  — общий объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$V_1$  — объем аликовотной части раствора, см<sup>3</sup>.

7.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида хрома (III) приведены в таблице 1.

---

УДК 666.76:543.06:006.354

МКС

81.080

И29

ОКСТУ 1509

---

Ключевые слова: огнеупоры, огнеупорное сырье, титриметрический метод, атомно-абсорбционный метод, оксид хрома, фотометрический метод

---

Редактор *Р.С. Федорова*  
Технический редактор *Н.С. Гришакова*  
Корректор *М.В. Букин*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 05.06.2000. Подписано в печать 13.06.2000. Усл. печ. л. 1,40.  
Уч.-изд. л. 0,97. Тираж 293 экз. С/Д 5485. Зак. 477.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Липин пер., 6.  
Плр № 080102