

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.



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/дм³ 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 см³.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм³: 39,2 г соли Мора растворяют в 500 см³ воды, прибавляют 100 см³ серной кислоты, охлаждают и доводят водой до 1000 см³, перемешивают.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм³: 19,6 г соли Мора растворяют в 500 см³ воды, прибавляют 100 см³ серной кислоты, охлаждают, доводят водой до 1000 см³ и перемешивают.

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

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

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490—75, 0,02 моль/дм³ раствор: 3,2 г марганцевокислого калия растворяют в 1000 см³ воды, нагревают до кипения, охлаждают и переливают в бутылку 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 см³ 10 см³ раствора бихромата калия, приливают примерно 100 см³ воды, 15 см³ 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 марганцевоокислого 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 надсернонокислым 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 плавленный 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/дм³.

Для повышения его устойчивости в приготовленный раствор добавляют несколько капель азотной кислоты (из расчета 0,5 см³ на 1000 см³ раствора). Раствор хранят в сосуде из темного стекла.

Марганец (II) сернокислый, 5-водный по ГОСТ 435—77, раствор 1 г/дм³.

Аммоний надсернонокислый 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 свежeproкипяченной 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 щавелевокислоте натрию: навеску массой 0,2 г щавелевокислого натрия, высушенного при (100±5) °С до постоянной массы, растворяют при осторожном нагревании в 75 см³ свежeproкипяченной 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 появления 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, хромомангнетита массой 0,1 г или 0,2 г магнетитохромитового 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 фенилантрахиновой 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 серноокислый 5-водный по ГОСТ 435—77, раствор 10 г/дм³.

Кобальт серноокислый по ГОСТ 4462—78.

Никель серноокислый по ГОСТ 4465—74.

Катализатор кобальто-никелевый: 15 г серноокислого кобальта и 15 г серноокислого 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 серноокислого марганца, доводят до метки водой, перемешивают.

Аммоний надсерноокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 40 г/дм³: 40 г кристаллического надсерноокислого 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 серноокислая (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 (С) 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 надсерникоислого 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.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля окиси хрома, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	d_k	d_s	δ
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 кобальтونيелевого катализатора, перемешивают и нагревают до появления малиновой окраски, что свидетельствует о полном окислении хрома.

Допускается в качестве катализатора использовать раствор серебра азотно-кислого 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-ацетилен 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, см ³
0,10—2,0	25
2,0—5,0	10
5,0—10,0	5

(Продолжение см. с. 135)

Добавляют 2,5 см³ 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 см³ помещают 1,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ градуировочного раствора Б и 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см³ 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 см³ 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)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.9—86)

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

где V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески, г;

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

$$m_1 = q_M + \frac{(q_6 - q_M)(A - A_M)}{A_6 - A_M},$$

где q_6, q_M — большее и меньшее значения массы окиси хрома в соответствующих стандартных растворах;

A_6, A_M — 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.)
