

**ОГНЕУПОРЫ  
И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ**

**Методы определения оксида хрома (III)**

Издание официальное

## 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) сернистый 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 сернистая (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) сернистый 7-водный. Технические условия
- ГОСТ 4465—74 Никель (II) сернистый 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 надсернистый. 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 уксусный 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, высушенного 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 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 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) свыше 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

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

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.

Т а б л и ц а 1

В процентах

Массовая доля оксида хрома (III)	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$\Delta$	$d_x$	$d_2$	$\delta$
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, реактивы 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) сернистый 5-водный по ГОСТ 435, раствор массовой долей 10 %.

Кобальт сернистый по ГОСТ 4462.

Никель сернистый по ГОСТ 4465.

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

Аммоний надсернистый 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 °С, 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 высушенного при температуре (200±5) °С 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 надсернистого, 10 см<sup>3</sup> 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 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

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

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  $(1000 \pm 50)^\circ\text{C}$ .

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре  $(400 \pm 20)^\circ\text{C}$ .

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, высушенного при температуре  $180\text{--}200^\circ\text{C}$  до постоянной массы, растворяют в  $200\text{ см}^3$  воды. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью  $1000\text{ см}^3$ , добавляют  $200\text{ см}^3$  соляной кислоты (1:3), доливают до метки водой и перемешивают (раствор А).

$1\text{ см}^3$  раствора содержит 0,0001 г оксида хрома (III).

Градуировочный раствор:  $20\text{ см}^3$  стандартного раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$ , доводят до метки соляной кислотой (1:20) и перемешивают (раствор Б).

$1\text{ см}^3$  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  $(1000 \pm 50)^\circ\text{C}$ .

Сплав выщелачивают в  $50\text{ см}^3$  соляной кислоты (1:3), раствор переводят в мерную колбу вместимостью  $250\text{ см}^3$ , доводят водой до метки и перемешивают.

Для определения оксида хрома (III) в мерную колбу вместимостью  $50\text{ см}^3$  отбирают аликвотную часть раствора в зависимости от массовой доли оксида хрома (III), приведенную в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида хрома (III), %	Аликвотная часть, $\text{см}^3$
От 0,10 до 2,0 включ.	25
Св. 2,0 * 5,0 *	10
* 5,0 * 10,0 *	5

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

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  $100\text{ см}^3$  помещают 1,0; 5,0; 10,0; 15,0;  $20,0\text{ см}^3$  градуировочного раствора Б и 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и  $10,0\text{ см}^3$  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 оксида хрома (III). К раствору добавляют  $5\text{ см}^3$  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,  $\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески, г;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора,  $\text{см}^3$ ;

$m_1$  — 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  $q_m$  — большее и меньшее значения массы оксида хрома (III) в соответствующих стандартных растворах, г;

$A_b$  и  $A_m$  — большее и меньшее 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 фотоэлектрический лабораторный.

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

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

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.

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 рН 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 °С, 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  $(1000 \pm 50)$  °С. 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 аликвотную 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 аликвотную 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 трилона 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 рН 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 реактивы.

7.3.2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеряют аликвотные 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 аликвотной 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.

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

---

Редактор *Р.С. Федорова*  
Технический редактор *И.С. Гришанова*  
Корректор *М.В. Бучная*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартымяновой*

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, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102