

**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 магnezийно-шпинелидные, магnezийно-силикатные, магnezийно-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, %			
	$\Delta$	$d_k$	$d_s$	$\delta$
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/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 1 %» (2 раза); «раствор 1 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 0,1 %»; «раствор 50 г/дм<sup>3</sup>» 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/дм<sup>3</sup>» 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 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> смеси серной и ортофосфорной кислот и разлагают при нагревании на электроплитке до полного растворения. После охлаждения приливают 100—150 см<sup>3</sup> воды, 15—20 см<sup>3</sup> раствора аммония надсерно-кислого, 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 азотно-кислого в количестве 5 см<sup>3</sup>.

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 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 А содержит 0,0001 г окиси хрома. 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 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 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 окиси хрома в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть раствора (в зависимости от массовой доли окиси хрома), приведенную в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси хрома, %	Аликвотная часть, см <sup>3</sup>
0,10—2,0	25
2,0—5,0	10
5,0—10,0	5

(Продолжение см. с. 135)

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 закиси 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<sup>3</sup> помещают 1,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 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 окиси хрома. 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 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)

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

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

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

$m$  — масса навески, г;

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

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

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

$A_b, A_m$  — 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.)

---