

РЕАКТИВЫ
ХРОМА (VI) ОКСИД
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ



Издание официальное

БЗ 6—98

Реактивы

ХРОМА (VI) ОКСИД

Технические условия

Reagents. Chromium (VI) oxide.
Specifications

ГОСТ
3776—78

ОКП 26 1121 1060 10

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на оксид хрома (VI) (хромовый ангидрид), который представляет собой темно-коричнево-красные игольчатые или призматические кристаллы; растворим в воде, гигроскопичен.

Формула: CrO_3 .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 99,99.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Оксид хрома (VI) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. По химическим показателям оксид хрома (VI) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1121 1062 08	Чистый (ч.) ОКП 26 1121 1061 09
1. Массовая доля оксида хрома (VI) (CrO_3), %, не менее	99,0	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,01
3. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,004	Не нормируется
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,004	0,01
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля суммы алюминия, бария, железа и кальция (Al + Ba + Fe + Ca), %, не более	0,02	0,03
7. Массовая доля суммы калия и натрия ($\text{K} \pm \text{Na}$), %, не более	0,015	0,10

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Определение массовой доли нитратов и суммы алюминия, бария, железа и кальция изготовитель проводит в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение импортной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней пробы должна быть не менее 150 г.

3.2. Определение массовой доли оксида хрома (VI)

3.1а — 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30 %, свежеприготовленный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Колба КН-1—500—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 2, 10 и 25 см³.

Секундомер.

Цилиндр 1(3) — 100 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 2,5000 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в небольшом количестве воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

25 см³ полученного раствора переносят в коническую колбу, прибавляют 100 см³ воды, 5 см³ соляной кислоты, 10 см³ раствора йодистого калия, перемешивают и оставляют в темноте на 10 мин. Затем смывают пробку водой, прибавляют 100 см³ воды и титруют выделившийся йод раствором 5-водного серноватистокислового натрия, прибавляя в конце титрования 1 см³ раствора крахмала, до зеленой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю оксида хрома (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,003333 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot m},$$

где V — объем раствора 5-водного серноватистокислового натрия концентрации точно $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г;

0,003333 — масса оксида хрома (VI), соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватистокислового натрия концентрации точно $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), г.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами растворов йодистого калия и соляной кислоты и при необходимости в результат определения вносят соответствующую поправку.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336 типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

Стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—250 по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

30,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 100 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 150 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 3 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата ч. д. а. $\pm 35\%$, для препарата ч. $\pm 20\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Определение массовой доли нитратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2. При этом 1,50 г препарата помещают в колбу Кн-2—100—34(50) ТХС (ГОСТ 25336), прибавляют 100 см³ воды, перемешивают до растворения, прибавляют 1,5 см³ концентрированной серной кислоты, осторожно по каплям при перемешивании 2 см³ этилового спирта ректификованного технического высшего сорта (ГОСТ 18300) и нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 мин.

К горячему раствору прибавляют 20 см³ воды, а затем при перемешивании около 14 см³ раствора аммиака с массовой долей 10 % (ГОСТ 3760) до полного осаждения хрома.

Содержимое колбы медленно нагревают до кипения и кипятят в течение 10 мин, во избежание выбрасывания в колбу помещают кусочки неглазурованного фарфора и стеклянную палочку. Затем жидкость фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», применяя лабораторную воронку диаметром 75 мм (ГОСТ 25336) (фильтр предварительно промывают 4—5 раз горячей водой), фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 100 см³ с меткой на 60 см³. Осадок на фильтре промывают три раза горячей водой, собирая промывные воды в ту же колбу. Полученный раствор нагревают до кипения, кипятят в течение 15 мин, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Раствор сохраняют для определения хлоридов по п. 3.6.

5 см³ полученного раствора (соответствуют 0,125 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 5 см³ воды и далее определение проводят методом с применением индигокармина.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа 0,005 мг NO₃,

1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5.

При этом 0,50 г препарата помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 5 см³ воды. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50 см³ (ГОСТ 25336), прибавляют 5 см³ концентрированной соляной кислоты, 10 см³ трибутилфосфата и взбалтывают.

После расслоения смеси водный слой переносят в другую такую же делительную воронку и при необходимости повторяют обработку водного слоя 5 см³ трибутилфосфата. Водный слой отделяют в делительную воронку и промывают его 5 см³ эфира для наркоза. После расслоения