

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА В СЕТЕМАТЕРИАЛАХ КАТАЛИТИЧЕСКИМ ОКИСЛЕНИЕМ В ЩЕЛОЧНОЙ СРЕДЕ

Ст. научн. сотр. В. Д. ИВАНОВ

Определение содержания хрома в сетематериалах или тканях ведется обычно по методу, разработанному Научно-исследовательским текстильным институтом (НИТИ) — сжиганием навески сети и последующим сплавлением полученной золы со смесью соды и хлорноватокислого калия. Полученный жидкий сплав после застывания выщелачивается водой, и хромат натрия, перешедший в раствор, анализируется на содержание в нем хрома.

Однако этот способ имеет тот недостаток, что при остывании сплавленной массы тигли трескаются ввиду большой разницы в коэффициентах расширения полученной сплавленной массы и самого вещества тигля.

Применение перекиси натрия (способ, предложенный Научно-исследовательским институтом лубяных волокон (НИИЛВ) взамен хлорноватокислого калия не устраняет этого недостатка, и, кроме того, при большом количестве анализов не всегда удается иметь в достаточном количестве эти реактивы.

Методы определения хрома, основанные на растворении золы в кислотах с последующим определением хрома в виде трехвалентного, не точны.

Ввиду этого нами испробована более простая смесь, состоящая из кальцинированной соды и окиси магния. Определение хрома проводилось по следующей методике.

Из средней пробы сетематериалов брали две навески по 1 г каждая при нормальной влажности (для двух параллельных анализов). Навески сети помещали в низкие фарфоровые тигли и сжигали осторожно, без пламени. Затем в каждый тигль к полученной золе добавляли специально сделанной для этой цели меркой по 1,5—2,0 г смеси следующего состава:

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  (безводный) . . . . . 2 весовых части  
 $\text{MgO}$  (безводная) . . . . . 1 весовая часть

После этого содержимое тиглей тщательно перемешивали. Затем тигли ставили в муфельную печь, в которой температура постепенно поднималась до  $775^\circ (\pm 25^\circ)$ , и выдерживали при этой температуре в течение двух часов. Таким образом в щелочной среде происходило окисление трехвалентного хрома в шестивалентный.

Окись магния, так же как и окись меди и хромат меди, являются в этих условиях катализаторами данного окислительного процесса, причем совместное их действие сильнее, чем каждого в отдельности. Кроме того, окись магния благодаря своей структуре и высокой температуре плавления поддерживает массу в тигле в течение всего времени прокалывания в рыхлом состоянии, делая ее доступной для проникновения кислорода воздуха.

Процесс прокаливания считается законченным, когда масса оплавлена и слегка отстала от стенок тигля. При более высокой температуре может произойти полное сплавление, что недопустимо.

После прокаливания тигли вынимают из муфельной печи и дают им остыть. Затем легким постукиванием по дну тиглей вытряхивают из них прокаленную массу в стаканы, содержащие по 100 мл дистиллированной воды каждый, и периодически (4—5 раз) перемешивают до полного растворения хроматов. При этом хроматы натрия и магния переходят в раствор, а окись меди остается в осадке вместе с окисью магния, взятой в избытке для прокаливания.

Раствор с хромовыми солями отфильтровывают и в фильтрате определяют хром йодометрическим способом. Для этого к 25 мл фильтрата приливают 10 мл 10%-ного раствора серной кислоты и 5 мл 10%-ного раствора йодистого калия. После 3—5 мин. выделившийся йод оттитровывают  $1/50N$  раствором гипосульфита (1 мл  $1/50N$  раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  соответствует 0,000346 г металлического Cr).

Количество хрома в процентах к взятой для анализа навеске сетей определяется по формуле:

$$a = \frac{b \cdot 100 \cdot k \cdot 0,000346 \cdot 100}{v \cdot 25},$$

где:  $a$  — количество хрома в процентах к весу сети;

$b$  — количество  $1/50N$  раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , пошедшее на титрование, в мл;

$v$  — навеска сети в граммах;

$k$  — поправка на титр;

$\frac{100}{25}$  — отношение общего объема анализируемого раствора к объему, взятому для титрования.

Если желательно определить также и содержание меди в сетематериалах, то промытый от хроматов натрия и магния осадок растворяют на фильтре 10%-ным раствором соляной кислоты и фильтр промывают водой до исчезновения реакции на ион хлора (проба  $\text{AgNO}_3$ ). Фильтрат упаривают и в горячем состоянии нейтрализуют аммиаком, при этом получается синее или голубое окрашивание раствора. Если выпадает осадок гидратов железа или алюминия, его следует отфильтровать.

После этого фильтрат нейтрализуют 10%-ным раствором серной кислоты до слабокислой реакции, добавляют 10 мл 10%-ного раствора йодистого калия и через 3—5 мин. титруют выделившийся йод  $1/50N$  раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (1 мл  $1/50N$  раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  соответствует 0,00127 г металлической меди).

Для проверки метода были приготовлены искусственные смеси ( $\text{CuO} + \text{Cr}_2\text{O}_3$ ) с заранее известным содержанием хрома и затем в них было определено содержание хрома по методу каталитического окисления (табл. 1).

Таблица 1  
Определение содержания хрома в  
смесях (в г)

Общий вес смеси ( $\text{CuO} + \text{Cr}_2\text{O}_3$ ), взятой для анализа	Содержание хрома во взятой смеси	Найдено хрома по анализу
0,0500	0,0084	0,0082
0,0503	0,0086	0,0086
0,0510	0,0242	0,0238
0,0505	0,0240	0,0234

Затем были взяты сетематериалы фабричного консервирования и в них было определено содержание хрома как по методу НИТИ, так и по методу автора. Получены также вполне совпадающие результаты (табл. 2).

Таблица 2  
Содержание хрома в сетематериалах при определении по методам НИТИ и автора

Навеска сети при нормальной влажности в г	Найдено хрома в г	
	по методу НИТИ	по методу автора
1,03	0,0082	0,0084
1,07	0,0074	0,0074
1,01	0,0126	0,0123
1,01	0,0116	0,0119
1,00	0,0016	0,0014
1,02	0,0026	0,0026

### ВЫВОДЫ

Метод определения хрома в сетематериалах посредством каталитического окисления окиси хрома в смеси ( $2\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{MgO}$ ) достаточно точен и рекомендуется для применения на сетевязальных фабриках при массовом контроле консервированных сетематериалов.