

**РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ**

Методы определения оксида кальция и оксида магния

Chromium ores and concentrates.  
Methods for determination of calcium oxide  
and magnesium oxide**ГОСТ 15848.11—90****(ИСО 5975—88)**

ОКСТУ 0741.

Срок действия с 01.01.92

до 01.01.2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает титриметрический комплексометрический метод определения оксида кальция при массовой доле от 1 до 4,5 % и оксида магния от 3 до 35 % и атомно-абсорбционный метод определения оксида кальция при массовой доле от 0,1 до 4,5 % и оксида магния от 3 до 15 %.

Метод определения оксидов кальция и магния по международному стандарту ИСО 5975—88 указан в приложении.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 15848.0.

**2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

2.1. Метод основан на титровании кальция раствором трилона Б при pH 13 в присутствии индикатора флуорексона и титрование магния в сумме с кальцием при pH 9—10 в присутствии индикатора хромоген черного ET-00.

Навеску пробы разлагают в азотной и хлорной кислотах с последующим доплавлением нерастворимого остатка.

Основную массу хрома отгоняют в виде хлористого хромла. Железо, титан, алюминий и остаточный хром отделяют уротропином. Марганец, никель, кобальт, медь, цинк и другие металлы отделяют в уротропиновом фильтрате диэтилдитиокарбаматом натрия.

Издание официальное

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 1100 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/см<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1 : 1, 1 : 10, 1 : 100.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262 и разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 (тетраборат натрия), обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий постепенно нагревают до 400 °С и прокалывают при указанной температуре в течение 2 ч.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217 (нитрат калия).

Смесь для сплавления: смешивают 100 г углекислого натрия с 50 г тетраборнокислого натрия и 1 г азотнокислого калия. Смесь растирают в агатовой (яшмовой) ступке.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363 (гидроксид калия), раствор с массовой концентрацией 280 г/дм<sup>3</sup>. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде с плотно закрытой крышкой.

Гексаметиленetetрамин (уротропин), растворы с массовой концентрацией 250 и 5 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия N, N'-диэтилдитиокарбамат 3-водный по ГОСТ 10652, суспензия с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 1.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 (хлорид калия).

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 (хлорид аммония).

Буферный раствор: 68 г хлористого аммония растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды, фильтруют, приливают 570 см<sup>3</sup> раствора аммиака, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Магний первичный по ГОСТ 804.

Стандартный раствор магния: 0,6031 г магния растворяют в 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1) при нагревании. Раствор охлаждают, перебивают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,001 г оксида магния.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N', N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652 (ЭДТА, комплексон (III)), раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 9,3 г трилона Б помещают в стакан вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>, приливают 200—250 см<sup>3</sup> воды и растворяют при нагревании до 50—60 °С. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мер-

ную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Массовую концентрацию раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup> устанавливают по стандартному раствору магния. Аликвотную часть стандартного раствора магния 10—25 см<sup>3</sup> помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см<sup>3</sup>, доливают водой до 100 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> буферного раствора, добавляют 0,1—0,15 г смеси индикатора хромоген черного ЕТ-00 с хлористым калием и медленно титруют (особенно в конце титрования) раствором трилона Б до перехода окраски из вишнево-красной в синюю. При титровании рекомендуется иметь для сравнения оттитрованный раствор.

Массовую концентрацию раствора трилона Б ( $C_{MgO}$ ) по оксиду магния в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C_{MgO} = \frac{m}{V},$$

где  $m$  — масса оксида магния в аликвотной части стандартного раствора магния, взятая для титрования, г;

$V$  — объем раствора трилона Б (с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>), израсходованный на титрование стандартного раствора магния с учетом значения контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

Раствор трилона Б с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>: точно отмеренный объем 250 см<sup>3</sup> раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup> ( $C_{CaO}$ ) по оксиду кальция в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C_{CaO} = C_{MgO} \cdot 1,3909 \cdot 0,5,$$

где  $C_{MgO}$  — массовая концентрация раствора трилона Б (с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup> по оксиду магния, г/см<sup>3</sup>;

1,3909 — коэффициент пересчета с оксида магния на оксид кальция;

0,5 — коэффициент, учитывающий разбавление раствора трилона Б (с молярной концентрацией от 0,025 до 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>).

Малахитовый зеленый (индикатор), спиртовой раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>.

Кальцеина натрия (флуорексон, индикатор), смесь с хлористым калием в массовом соотношении 1:100.

Хромоген черный ET-00 (индикатор), смесь с хлористым калием в массовом соотношении 1 : 100.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску хромовой руды или концентрата массой 0,25 помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смачивают водой, приливают 5 см<sup>3</sup> азотной и 50 см<sup>3</sup> хлорной кислот. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 мин. Содержимое стакана охлаждающе обмывают его стенки и часовое стекло водой и вновь нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 мин. Эту операцию повторяют до возможно более полного разложения навески. Основную массу хрома отгоняют в виде хлористого хромилла. Для этого отодвигают часовое стекло и осторожно, по каплям, приливают по стенкам стакана соляную кислоту до прекращения выделения бурых паров хлористого хромилла; хром при этом восстанавливается до трехвалентного. Стакан накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание раствора до полного окисления хрома. Операцию отгонки хлористого хромилла повторяют до удаления основной массы хрома (раствор должен стать почти бесцветным). Раствор охлаждают, приливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до растворения солей. Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы. Осадок промывают 8—10 раз горячей соляной кислотой (1 : 100) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и сохраняют в качестве основного раствора. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, охлаждают и прокалывают при 800—900 °С. Тигель охлаждают, смачивают несколькими каплями воды, приливают 3—5 капель серной кислоты (1 : 1), 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, нагревают для удаления паров серной кислоты и прокалывают при 800—900 °С. Тигель охлаждают и остаток сплавляют с 1—2 г смеси для сплавления при 1000—1100 °С. Плав выщелачивают в 30—40 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты (1 : 10) и раствор присоединяют к основному раствору, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и упаривают до 70—80 см<sup>3</sup>.

Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком до появления не большого осадка гидроксидов. Осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту до растворения осадка, 20—25 см<sup>3</sup> раствора уротропина (250 г/дм<sup>3</sup>). Раствор с осадком выдерживают при 70—80 °С в течение 15—20 мин.

Осадок фильтруют на фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и промывают 8—10 раз теплым раствором уротропина (5 г/дм<sup>3</sup>). Фильтр с осадком отбрасывают. К охлажденному фильтрату приливают 10 см<sup>3</sup> суспензии диэтилдитиокарбамата натрия, доливают до метки водой, энергично перемешивают

ют и оставляют на 2—3 ч. Раствор фильтруют через два плотных сухих фильтра в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.3.2. Для определения массовой доли оксида кальция в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора 100 см<sup>3</sup>, нагревают до кипения и кипятят 5—10 мин. Раствор охлаждают, приливают 3—4 капли раствора малахитового зеленого, небольшими порциями, при перемешивании, раствор гидроксида калия до обесцвечивания раствора и 12—15 см<sup>3</sup> в избыток. Прибавляют 0,1—0,15 г смеси индикатора флуорексона с хлористым калием и титруют раствором трилона Б (с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>) до исчезновения зеленой флуоресценции и появления розовой окраски раствора.

2.3.3. Для титрования суммы оксидов кальция и магния в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора 100 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> буферного раствора, прибавляют 0,1—0,15 г смеси индикатора хромоген черного ЕТ-00 с хлористым калием и медленно титруют раствором трилона Б (с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>) до перехода окраски раствора из вишнево-красной в синюю. При титровании рекомендуется иметь для сравнения оттитрованный раствор.

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю оксида кальция ( $X_{CaO}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{CaO} = \frac{V_2 \cdot C_{CaO} \cdot 100}{m},$$

где  $V_2$  — объем раствора трилона Б (с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>), израсходованный на титрование кальция с учетом значения контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$C_{CaO}$  — массовая концентрация раствора трилона Б (с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>) по оксиду кальция, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески высушенной хромовой руды или концентрата, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для титрования, г.

2.4.2. Массовую долю оксида магния ( $X_{MgO}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{MgO} = \frac{(V_3 - V_1 - 0,5) \cdot C_{MgO} \cdot 100}{m},$$

где  $V_3$  — объем раствора трилона Б (с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>), израсходованный на титрование суммы кальция и магния с учетом значения контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

- $V_2$  — объем раствора трилона Б (с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>), израсходованный на титрование кальция с учетом значения контрольного опыта, см<sup>3</sup>;
- $C_{MgO}$  — массовая концентрация раствора трилона Б (с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>) по оксиду магния, г/см<sup>3</sup>.
- 0,5 — коэффициент, учитывающий разбавление раствора трилона Б (с молярной концентрацией от 0,025 до 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>);
- $m$  — масса навески высушенной хромовой руды или концентрата, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для титрования, г.

2.4.3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Массовая доля оксида кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,10 до 0,20	0,04
Св. 0,20 » 0,50	0,06
» 0,50 » 1,0	0,08
» 1,0 » 2,0	0,14
» 2,0 » 4,5	0,22

Таблица 2

Массовая доля оксида магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 3 до 10	0,4
Св. 10 » 20	0,5
» 20 » 35	0,6

### 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Метод основан на измерении поглощения резонансного излучения свободными атомами кальция (при длине волны 422,7 нм) или магния (при длине волны 285,2 нм), образующимися при распылении анализируемого раствора в пламени закись азота-ацетилен или воздух-ацетилен. Влияние алюминия на абсорбцию кальция и магния устраняют введением раствора лантана (строи-

### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 1100 °С.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Тигли стеклоуглеродные или алундовые.

Тигля платиновые по ГОСТ 6563.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Закись азота (диоксид азота).

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1:1, 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262 и разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/см<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Натрия перекись (пероксид натрия).

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 (тетраборат натрия) обезвоженный, как указано в п. 2.2.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217 (нитрат калия).

Смесь для сплавления приведена в п. 2.2.

Стронций хлористый по ГОСТ 4140 (хлорид стронция), раствор с массовой концентрацией 304 г/дм<sup>3</sup>, 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 г стронция.

Оксид лантана (оксид лантана (III)), раствор с массовой концентрацией 117,2 г/дм<sup>3</sup>: 117,2 г оксида лантана растворяют в 200 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают до 1 дм<sup>3</sup> водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 г лантана.

Фоновый раствор 1 (применяют при разложении навески пробы по варианту 1): 8,4 г смеси пероксида натрия и углекислого натрия в соотношении 2:1 сплавляют в стеклоуглеродном или алундовом тигле при 650—700 °С. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300—400 см<sup>3</sup> и выщелачивают в 50—100 см<sup>3</sup> горячей воды. Приливают 120 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), вынимают тигель и обмывают его горячей водой. Раствор нагревают до кипения и кипятят 1—3 мин, охлаждают, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Фоновый раствор 2 (применяют при разложении навески пробы по варианту 2): 4 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 300—400 см<sup>3</sup>, приливают 50—100 см<sup>3</sup> горячей воды, 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). Раствор нагревают до кипения, охлаждают, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Фоновый раствор 3 (применяют при разложении навески пробы по варианту 3): 8 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 300—400 см<sup>3</sup>, приливают 50—100 см<sup>3</sup> воды и 80 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). Раствор нагревают до кипения, охлаждают, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530 (карбонат кальция), ос.ч. Стандартные растворы кальция.

Раствор А: 1,7850 г углекислого кальция, предварительно высушенного при  $(105 \pm 5)$  °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, затем по каплям 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и нагревают до растворения реактива. Раствор кипятят в течение 3—4 мин, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А соответствует 0,001 г оксида кальция.

Раствор Б: 20 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,00004 г оксида кальция.

Стандартные растворы магния.

Раствор А, готовят по п. 2.2. 1 см<sup>3</sup> раствора А соответствует 0,001 г оксида магния.

Раствор Б: 20 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,00004 г оксида магния.

### 3.3. Проведение анализа

#### 3.3.1. Вариант 1

В стеклоуглеродный или алундовый тигель помещают 1,4 г пероксида натрия, навеску хромовой руды или концентрата массой 0,2 г, перемешивают, насыпают сверху 0,7 г углекислого натрия и сплавляют при 650—700 °С. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300—400 см<sup>3</sup> и плав выщелачивают 50 см<sup>3</sup> воды при нагревании. После прекращения бурной реакции приливают 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), нагревают до растворения осадка гидроксидов, вынимают тигель и обмывают его горячей водой. Раствор нагревают до кипения и кипятят 1—3 мин, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

При массовой доле оксида кальция менее 0,3 % к раствору приливают 7,5 см<sup>3</sup> раствора лантана (стронция), доливают до метки и перемешивают.

При массовой доле оксида кальция более 0,25 % и при определении магния раствор в колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup> доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора (см. табл. 3) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 3 см<sup>3</sup> раствора лантана (стронция), 6 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.



Раствор распыляют в пламя, указанное в табл. 3, атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию кальция при длине волны 422,7 нм и магния — 285,2 нм. Процесс измерения для каждого раствора проводят не менее двух раз и для расчета берут среднее арифметическое абсорбции. При смене раствора систему распыления промывают водой до получения нулевого значения на шкале прибора.

Таблица 3

Массовая доля оксида кальция (магния), %	Аликвотная часть раствора, см <sup>3</sup>	Концентрация оксида кальция (магния) в конечном объеме, г/см <sup>3</sup> · 10 <sup>-6</sup>	Тип горячей смеси
<b>Оксид кальция</b>			
От 0,1 до 0,3	Без аликвотирования	0,8—2,4	Закись азота-ацетилен
Св. 0,25 » 1,25	25	0,5—2,5	То же
Св. 1,25 до 4,5	5	0,5—1,8	»
» 1,0 » 4,5	10	0,8—3,6	Воздух-ацетилен
<b>Оксид магния</b>			
От 3 до 7	5	0,8—2,4	То же
Св. 5 » 15	2	0,8—2,4	»

Примечание. Первоначальный объем раствора — 250 см<sup>3</sup>. Конечный объем раствора при массовой доле оксида кальция от 0,1 до 0,3 % — 100 см<sup>3</sup>.

По найденному значению абсорбции анализируемого раствора с учетом абсорбции раствора контрольного опыта находят массовую концентрацию оксида кальция (оксида магния) по градуировочному графику методом сравнения или методом ограничивающих растворов.

Примечание. Если в партии проб берутся различные аликвотные части анализируемых растворов, для контрольного опыта допускается брать максимальную аликвотную часть и аликвотные части растворов проб доливать до максимальной растворимости контрольного опыта.

### 3.3.2. Вариант 2

Масса навески пробы 0,2 г. Разложение навески материала, отгонку хрома и доплавление нерастворимого остатка проводят, как указано в п. 3.3.1. Затем приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 100 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей, фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Остаток на фильтре промывают 10—12 раз горячей соляной кислотой (1:100), присоединяя промывную жидкость к фильтрату. Фильтрат сохраняют (основной раствор). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, вы-

сушивают, озоляют и прокаливают при 800—900 °С. Содержимое тигля охлаждают, приливают 3—5 капль серной кислоты (1:1), 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, нагревают до удаления серной кислоты и прокаливают при 800—900 °С. Тигель охлаждают и остаток сплавляют с 1 г смеси для сплавления при 1000—1100 °С. Тигель охлаждают, плав выщелачивают в 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) при нагревании, раствор присоединяют к основному раствору в мерной колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup> и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

### 3.3.3. Вариант 3

Навеску хромовой руды или концентрата массой 0,2 г помещают в платиновый тигель, перемешивают с 1,5 г смеси для сплавления и насыпают сверху 0,5 г смеси. Тигель помещают в муфельную печь, нагретую до 600 °С, постепенно увеличивают температуру нагрева до 1000—1100 °С и выдерживают при этой температуре 1 ч. Тигель с остывшим плавом помещают в стакан вместимостью 200—300 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и оставляют до полного выщелачивания плава. Тигель извлекают из стакана, обмывают соляной кислотой (1:1), приливая в раствор 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), и перемешивают до полного растворения осадка гидроксидов. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Анализ проводят, как указано в п. 3.3.

3.3.4. Для построения градуировочного графика при определении оксида кальция в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> раствора Б кальция, что соответствует массовым концентрациям оксида кальция 0; 0,0000004; 0,0000008; 0,0000016; 0,0000024; 0,0000032 и 0,000004 г/см<sup>3</sup>. В колбы приливают по 3 см<sup>3</sup> раствора лантана (стронция).

При массовой доле оксида кальция менее 0,3 % раствор доливают до метки соответствующим фоновым раствором и перемешивают. При массовой доле оксида кальция более 0,25 % в колбы приливают по 6 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), соответствующий фоновый раствор в объеме, равном аликвотной части анализируемого раствора, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор, не содержащий стандартного раствора кальция, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

Абсорбцию кальция измеряют, как указано в п. 3.3.1.

По найденным значениям абсорбции растворов с учетом абсорбции раствора контрольного опыта и массовым концентрациям оксида кальция строят градуировочный график.

3.3.5. Для построения градуировочного графика при определении оксида магния в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 2,5; 3,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б магния, что соответствует массовым концентрациям оксида маг-

ния; 0; 0,000001; 0,0000012; 0,000002; 0,0000024; 0,0000028; 0,0000032 г/см<sup>3</sup>.

В колбы приливают по 3 см<sup>3</sup> раствора лантана (стронция), 6 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), соответствующий фоновый раствор в объеме, равном аликвотной части анализируемого раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор, не содержащий стандартного раствора магния, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

Абсорбцию магния измеряют, как указано в п. 3.3.1.

По найденным значениям абсорбции растворов с учетом абсорбции раствора контрольного опыта и массовым концентрациям оксида магния строят градуировочный график.

**Примечание.** Поскольку диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, предполагаемые массовые концентрации оксидов кальция и магния в растворах проб и растворах для градуировочного графика следует считать рекомендуемыми.

**3.3.6.** При определении массовой доли оксида кальция (оксида магния) по методу сравнения в три мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают одинаковое количество стандартного раствора кальция (магния), соответствующее предполагаемой концентрации оксидов в измеряемом объеме раствора, и по 3 см<sup>3</sup> раствора лантана (стронция). При массовой доле оксида кальция менее 0,3 % доливают до метки соответствующим фоновым раствором и перемешивают. При массовой доле кальция более 0,25 % и при определении оксида магния в колбы приливают соответствующий фоновый раствор в объеме, равном аликвотной части анализируемого раствора, 6 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

Растворы, не содержащие стандартного раствора кальция (магния), служат растворами контрольного опыта для раствора сравнения.

Абсорбцию кальция (магния) измеряют, как указано в п. 3.3.1.

**3.3.7.** При определении массовой доли оксида кальция (магния) по методу ограничивающих растворов абсорбцию анализируемого раствора сравнивают с абсорбцией двух стандартных растворов, приготовленных по п. 3.3.5.

<sup>1</sup> Концентрация одного раствора должна быть приблизительно на 10—20 % выше, а второго — на 10—20 % ниже концентрации анализируемого раствора.

### 3.4. Обработка результатов

**3.4.1.** Массовую долю оксида кальция (оксида магния) в процентах ( $X_{CaO(MgO)}$ ) при использовании градуировочного графика вычисляют по формуле

$$X_{CaO(MgO)} = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m},$$

где  $C$  — массовая концентрация анализируемого раствора по оксиду кальция (оксиду магния), найденная по градуировочному графику в конечном объеме раствора, г/дм<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески высушенной хромовой руды или концентрата в конечном объеме раствора, г.

3.4.2. Массовую долю оксида кальция (оксида магния) в процентах ( $X_{CaO(MgO)}$ ) при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X_{CaO(MgO)} = \frac{C_1 \cdot V \cdot A - 100}{m \cdot A_1},$$

где  $C_1$  — массовая концентрация раствора сравнения по оксиду кальция (оксиду магния), г/см<sup>3</sup>;

$A$  — абсорбция анализируемого раствора с учетом абсорбции раствора соответствующего контрольного опыта;

$A_1$  — абсорбция раствора сравнения с учетом величины абсорбции раствора соответствующего контрольного опыта.

3.4.3. Массовую долю оксида кальция (оксида магния) в процентах ( $X_{CaO(MgO)}$ ) при использовании метода ограничивающих растворов вычисляют по формуле, указанной в п. 3.4.1.

Массовую концентрацию ( $C$ ) вычисляют по формуле

$$C = C_2 + \frac{(C_3 - C_2) \cdot (A - A_2)}{A_3 - A_2},$$

где  $C_2$  и  $C_3$  — массовые концентрации стандартных растворов по оксиду кальция (оксиду магния) с более низкой и более высокой концентрациями, чем анализируемый раствор ( $C_3 > C > C_2$ ), г/см<sup>3</sup>;

$A$  — абсорбция анализируемого раствора с учетом абсорбции раствора соответствующего контрольного опыта;

$A_2$  и  $A_3$  — абсорбция стандартных растворов (соответственно  $C_2$  и  $C_3$ ) с учетом абсорбции раствора соответствующего контрольного опыта.

Для интервала линейной зависимости абсорбции кальция (магния) от концентрации в растворе массовую долю оксида кальция (оксида магния) в процентах ( $X_{CaO(MgO)}$ ) допускается вычислять по формуле

$$X_{CaO(MgO)} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

где  $X_1$  и  $X_2$  — массовые доли оксида кальция (оксида магния), рассчитанные по растворам сравнения с более низкой и более высокой концентрациями, чем в анализируемом растворе, %.

$X_1$  и  $X_2$  вычисляются по формуле, указанной в п. 3.4.2.

3.4.4. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать значения, указанного в табл. 1 и 2.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### РУДЫ ХРОМОВЫЕ. Определение содержаний кальция и магния титриметрическим методом с EDTA (ИСО 5975—88)

#### 1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает титриметрический метод с ЭДТА для определения содержаний кальция и магния в хромовых рудах.

Метод применим к продуктам с содержанием кальция более 0,1 % (m/m) и магния более 3,0 % (m/m).

Настоящим международным стандартом следует пользоваться совместно со стандартом ГОСТ 15848.0 (ИСО 6629).

#### 2. Ссылка

ГОСТ 15848.0 (ИСО 6629). Хромовые руды и концентраты. Методы химического анализа. Общие указания.

#### 3. Сущность метода

Разложение навески пробы азотной и хлорной кислотами.

В случае трудноразлагаемых руд — отфильтровывание нерастворимого остатка, прокаливание, обработка фтористоводородной кислотой, сплавление с углекислым натрием и объединение раствора плава с основным раствором. Отделение основной массы хрома в виде хлористого хромита.

Отделение железа, титана, алюминия и марганца раствором аммиака в присутствии надсернистого аммония.

Определение кальция в аликвоте основного раствора титрованием стандартным титрованным раствором ЭДТА (pH≈12,5), используя в качестве индикатора флуорексон.

Определение кальция и магния во второй аликвоте основного раствора путем титрования стандартным титрованным раствором ЭДТА (pH≈10), используя в качестве индикатора эриохром черный Т.

Расчет содержания магния по разности.

#### 4. Реактивы

4.1. Натрий углекислый, безводный.

4.2. Калий хлористый.

4.3. Кислота азотная,  $\rho=1,40$  г/см<sup>3</sup>.

4.4. Кислота хлорная,  $\rho=1,50$  г/см<sup>3</sup>.

4.5. Кислота хлористоводородная,  $\rho=1,19$  г/см<sup>3</sup>.

4.6. Кислота фтористоводородная,  $\rho=1,13$  г/см<sup>3</sup>, 40 %.

4.7. Аммиак водный,  $\rho=0,91$  г/см<sup>3</sup>.

4.8. Аммиак водный, разбавленный 1:100.

4.9. Спирт этиловый, ректификованный.

4.10. Кислота хлористоводородная, разбавленная 1:3.

4.11. Кислота хлористоводородная, разбавленная 1:100.

4.12. Кислота серная, разбавленная 1:1.

4.13. Аммоний надсернистый, 20 % (m/m) раствор.

4.14. Натрия гидроксид, 20 % (m/m) раствор.

Раствор готовят перед употреблением с использованием дистиллированной воды, предварительно прокипяченной в течение 30 мин и охлажденной.

4.15. Магний сернистый, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 3,0093 г магния, предварительно высушенного при  $(220 \pm 10)$  °С до постоянной массы, растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

4.16. Магний хлористый, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>.

0,6077 г спектрально чистого магния помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и небольшими порциями осторожно приливают 60—70 см<sup>3</sup> раствора хлористоводородной кислоты (п. 4.10). Когда хлористый магний растворится полностью, раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

4.17. Калий двуххромовокислый, 0,5 % (m/m) раствор.

4.18. Дианатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА), титрованный раствор,  $c$  (ЭДТА) = 0,025 моль/дм<sup>3</sup>.

4.18.1. Приготовление раствора

9,3 г ЭДТА помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют 250—300 см<sup>3</sup> воды и нагревают до 50—60 °С для растворения ЭДТА. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, охлаждают, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой склянке.

4.18.2. Установление титра раствора

20 см<sup>3</sup> раствора сернистого магния (п. 4.15) или хлористого магния (п. 4.16) помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> буферного раствора (п. 4.21), 2 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия (п. 4.17) и 0,1—0,15 г смеси эриохрома черного Т с хлористым калием (п. 4.24). После добавления каждого реактива раствор тщательно перемешивают.

Раствор медленно титруют с раствором ЭДТА (п. 4.18.1) до изменения цвета от красного до голубого. При титровании рекомендуется использовать титрованный раствор.

Одновременно проводят контрольный опыт.

4.18.13. Обработка результатов

Массовую концентрацию ( $C_{Mg}$ ) раствора ЭДТА, выраженную в граммах магния на кубический сантиметр, вычисляют по формуле

$$C_{Mg} = \frac{m_1 \cdot 20}{V_1 - V_2},$$

где  $m_1$  — масса магния в 1 см<sup>3</sup> раствора сернистого магния (п. 4.15) или хлористого магния (п. 4.16), г;

$V_1$  — объем раствора ЭДТА, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора ЭДТА, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

Массовую концентрацию ( $C_{Ca}$ ) раствора ЭДТА, выраженную в граммах кальция на кубический сантиметр, вычисляют по формуле

$$C_{Ca} = C_{Mg} \cdot 1,6485,$$

где 1,6485 — коэффициент пересчета магния на кальций.

4.19. ЭДТА, титрованный раствор,  $c(\text{ЭДТА}) = 0,0125$  моль/дм<sup>3</sup>.

250 см<sup>3</sup> раствора ЭДТА (п. 4.18) переливают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

4.20. ЭДТА, титрованный раствор,  $c(\text{ЭДТА}) = 0,005$  моль/см<sup>3</sup>.

100 см<sup>3</sup> раствора ЭДТА (п. 4.18) переливают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

4.21. Буферный раствор.

68 г хлористого аммония растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды, приливают 570 см<sup>3</sup> раствора аммиака (п. 4.7), разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

4.22. Малахитовый зеленый индикатор 4—4-(диметиламино)- $\alpha$ -фенилбензилпиперидин-2,5-циклогексадиенилпиперидин диметиламония хлорид ( $\text{C}_{20}\text{H}_{22}\text{ClN}_2$ ), цветовой индекс 42000, 0,2 % (м/м), спиртовой раствор.

4.23. Флуорексон, [(флуоресценин-2', 7-динилбис (метиленинитрило) тетрауксусная кислота) ( $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_{12}$ ).

0,1 г индикатора смешивают с 10 г хлористого калия (п. 4.2) и растирают в ступке.

4.24. Эриохром черный Т, индикатор, [натрий 3-гидрокси-4-[(1-гидрокси-2-нафтил)азо]-7-нитро-1-нафталенсульфонат) ( $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{NaO}_7\text{S}$ ), цветовой индекс 14645.

0,1 г индикатора смешивают с 10 г хлористого калия (п. 4.2) и растирают в ступке.

## 5. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и

5.1. Фотоэлектротитриметр.

## 6. Выполнение определения

6.1. Навеска проб

В стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навеску хромовой руды массой 0,25 г.

6.2. Разложение навески

6.2.1. Навеску (п. 6.1) увлажняют водой, добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты (п. 4.3) и 50 см<sup>3</sup> хлорной кислоты (п. 4.4), закрывают часовым стеклом и нагревают до появления паров хлорной кислоты.

Раствор выдерживают 10—15 мин при температуре дымления хлорной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана и часовое стекло водой и нагревают вновь до появления паров хлорной кислоты, продолжая нагрев в течение последующих 10—15 мин.

Процедуру повторяют до полного разложения навески.

6.2.2. В случае трудно разложимой руды к содержимому стакана добавляют 5—10 см<sup>3</sup> хлористоводородной кислоты (п. 4.5.), 30—40 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Отфильтровывают осадок через неплотный бумажный фильтр, содержащий небольшое количество беззольной бумажной массы. Осадок промывают на фильтре 10—12 раз хлористоводородной кислотой (п. 4.11) и объединяют промывные воды с основным фильтратом. Фильтрат охлаждают в качестве основного раствора.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, сушат, озоняют и прокалывают при 800—900 °С.

Тигель с остатком охлаждают.

Остаток увлажняют несколькими каплями воды, добавляют 3—4 капли серной кислоты (п. 4.12), 2—3 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты (п. 4.6), нагревают до полного удаления серной кислоты и прокалывают при 700—800 °С.

Содержимое тигля охлаждают.

Остаток сплавляют с 1—2 г углекислого натрия (п. 4.1) при 1000—1100 °С.

Плав выщелачивают при нагревании 20—30 см<sup>3</sup> раствора хлористоводородной кислоты (п. 4.11) и объединяют раствор с основным раствором.

### 6.3. Приготовление анализируемого раствора

В обоих случаях (п. 6.2.1 и 6.2.2) раствор выпаривают до появления паров хлористоводородной кислоты.

Удаляют часовое стекло и осторожно, по каплям, по стенкам стакана добавляют хлористоводородную кислоту (п. 4.5) до прекращения выделения коричневого пара хлористого хромилла, при этом хром переходит в трехвалентную форму. Стакан закрывают часовым стеклом и продолжают нагревание до полного окисления хрома.

Отгонку хлористого хромилла повторяют до удаления основной массы хрома (до получения почти бесцветного раствора).

Добавляют 5—7 см<sup>3</sup> хлористоводородной кислоты (п. 4.5), 30—40 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Содержимому стакана дают охладиться. Обмывают стенки стакана и часовое стекло водой.

Разбавляют раствор теплой водой до 80—100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора надсернического аммония (п. 4.13) и раствора аммиака (п. 4.7) до сохранения аммиачного запаха, затем добавляют 2—3 см<sup>3</sup> в избыток. Нагревают раствор с осадком до разложения надсернического аммония. В случае исчезновения аммиачного запаха добавляют раствор аммиака (п. 4.7) до восстановления аммиачного запаха. После осаждения осадка фильтруют его через фильтр средней плотности, после чего промывают горячим раствором аммиака (п. 4.8) 5—6 раз. Фильтрат с промывными водами сохраняют в качестве основного раствора. Осадок растворяют на фильтре 40—50 см<sup>3</sup> нагретой хлористоводородной кислоты (п. 4.10), собирая фильтрат в стакан, в котором проводилось осаждение, фильтр промывают 10—12 раз нагретой хлористоводородной кислотой (п. 4.11). Добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора надсернического аммония (п. 4.13) и раствора аммиака (п. 4.7) до выделения устойчивого запаха аммиака. Добавляют еще 2—3 см<sup>3</sup> в избыток. Нагревают раствор с осадком до кипения и кипятят до разложения надсернического аммония. В случае исчезновения аммиачного запаха аммиака добавляют раствор аммиака (п. 4.7) до появления его устойчивого запаха.

После осаждения осадка отфильтровывают его на бумажный фильтр средней плотности. Промывают стакан и осадок 5—6 раз нагретым раствором аммиака (п. 4.8), полученный таким образом раствор добавляют к основному раствору.

Объединенный раствор выпаривают до 100—150 см<sup>3</sup>, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают.

### 6.4. Определение содержания кальция

100 см<sup>3</sup> анализируемого раствора переводят в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 3—4 капли спиртового раствора малахитового зеленого (п. 4.22) и при энергичном перемешивании небольшими порциями добавляют раствор гидроксида натрия (п. 4.14) до обесцвечивания раствора и затем еще 8—10 см<sup>3</sup> в избыток. Разбавляют раствор водой до 200—250 см<sup>3</sup>, добавляют 0,1—0,15 г смеси флуорексона и хлористого калия (п. 4.23) и титруют раствором с ЭДТА (п. 4.20) визуально или с использованием фотоэлектротитриметра (п. 5.1) при содержании кальция от 0,1 до 1,0 % (м/м), раствором ЭДТА (п. 4.19) при содержании кальция свыше 1,0 % (м/м), пока флуоресцирующий зеленый цвет раствора не изменится до оранжево-красного.

### 6.5. Определение суммарного содержания кальция и магния

Переводят 100 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (п. 6.3) в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> буферного раствора (п. 4.21), 2 см<sup>3</sup> раствора двуххромовысокислого кальция (п. 4.17), 100—150 см<sup>3</sup> воды и 0,1—



—0,15 г смеси эриохрома черного Т с хлористым калием (п. 4.24). Раствор перемешивают и титруют ЭДТА (п. 4.18) до изменения цвета от красного до голубого. Для того чтобы правильно получить конечную точку, во время титрования рекомендуется сравнивать изменение цвета с наблюдавшимся в ранее титрованной пробе.

## 7. Обработка результатов

### 7.1. Расчет содержания кальция

Массовую долю кальция ( $X_{Ca}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Ca} = \frac{(V_2 - V_4) \cdot f \cdot C_{Ca} \cdot 100}{m_2} \cdot K,$$

где  $V_2$  — объем стандартного титрованного раствора ЭДТА (п. 4.19 или 4.20), израсходованный на определение содержания кальция (п. 6.4), см<sup>3</sup>;

$V_4$  — объем титрованного раствора ЭДТА (пп. 4.19; 4.20), израсходованный на титрование соответствующего раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$f$  — коэффициент пересчета концентрации 0,005 или 0,0125 моль/см<sup>3</sup> раствора ЭДТА на концентрацию 0,025 моль/дм<sup>3</sup>; равен 0,2 в случае раствора ЭДТА концентрации 0,005 моль/дм<sup>3</sup> и 0,5 — в случае раствора концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>;

$C_{Ca}$  — концентрация стандартного титрованного раствора ЭДТА (пп. 4.19; 4.20), выраженная в граммах кальция на 1 см<sup>3</sup> и рассчитанная в соответствии с п. 4.18.3;

$m_2$  — масса навески, соответствующая аликвоте анализируемого раствора (п. 6.3), взятой для определения содержания кальция (п. 6.4);

$K$  — коэффициент пересчета содержания кальция на содержание его в сухом материале.

### 7.2. Расчет содержания магния

Массовую долю магния ( $X_{Mg}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Mg} = \frac{[(V_5 - V_6) - (V_2 - V_4)] C_{Mg} \cdot f \cdot 100}{m_2} \cdot K,$$

где  $V_5$  — объем титрованного раствора ЭДТА (п. 4.18), использованный для определения суммарного содержания кальция и магния, см<sup>3</sup>;

$V_6$  — объем титрованного раствора ЭДТА (п. 4.18), использованный для титрования соответствующего раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем титрованного раствора ЭДТА (пп. 4.19; 4.20), израсходованный на определение содержания кальция (п. 6.4), см<sup>3</sup>;

$V_4$  — объем титрованного раствора ЭДТА (п. 4.19 или 4.20), использованный для титрования соответствующего раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$f$  — коэффициент пересчета концентрации 0,005 или 0,0125 моль/дм<sup>3</sup> раствора ЭДТА на концентрацию 0,025 моль/дм<sup>3</sup>; равен 0,2 в случае раствора ЭДТА концентрации 0,005 моль/дм<sup>3</sup> и 0,5 — в случае раствора концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>;

$C_{Mg}$  — концентрация титрованного раствора ЭДТА (п. 4.18), выраженная в граммах магния на 1 см<sup>3</sup> и рассчитанная в соответствии с п. 4.18.3;

$m_2$  — масса навески, соответствующая аликвоте анализируемого раствора (п. 6.3), взятой для определения суммарного содержания кальция (магния) (п. 6.5);

$K$  — коэффициент пересчета содержания магния на его содержание в сухом материале.

### 7.3. Допускаемые расхождения результатов параллель-

## 7.3.1. Определение массовой доли кальция.

Таблица 4

Массовая доля содержания кальция, %, (т/т)	Допускаемое расхождение, % (т/т)
От 0,1 до 0,2	0,03
Св. 0,2 » 0,4	0,04
» 0,4 » 0,8	0,06
» 0,8 » 1,6	0,10
» 1,6 » 3,2	0,16

## 7.3.2. Определение массовой доли магния.

Таблица 5

Содержание магния, % (т/т)	Допускаемое расхождение, % (т/т)
От 3 до 6	0,25
Св. 6 » 12	0,30
» 12 »	0,35

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН Министерством металлургии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Н. И. Стенниа (руководитель темы), Н. В. Пенкина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3673

Приложение «Руды хромовые. Определения кальция и магния титриметрическим методом с ЕДТА» настоящего стандарта подготовлено на основе международного стандарта ИСО 5975—88

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 15848.11—85

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	2.2; 3.2
ГОСТ 804—72	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 3773—72	2.2
ГОСТ 4140—74	3.2
ГОСТ 4199—76	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4217—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4234—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4530—76	3.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 6563—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 11125—84	2.2; 3.2
ГОСТ 14261—77	2.2; 3.2
ГОСТ 14262—78	2.2
ГОСТ 15848.0—90	1; приложение
ГОСТ 24363—80	2.2