

УДК 622.341.1:546.76.06:006.354

Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВМ СЕПО уч. № 2 ИУС 10.85

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ
И ОКАТЫШИ

Методы определения содержания хрома

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets.
Methods of the determination of chromium content

ГОСТ

23581.5-79*

(СТ СЭВ 2853-81)

Взамен
ГОСТ 12753-67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 апреля 1979 г. № 1500 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

до 01.01.96 ИУС 10-85
Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает фотометрический метод определения хрома при массовой доле от 0,01 до 0,5 % и титриметрический метод при массовой доле хрома более 0,5 %.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание. Сентябрь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1982 г.; Пост. № 3742 от 24.09.82 г. (ИУС № 1 1983 г.)

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2853—81.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23581.0—80.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на окислении дифенилкарбазида шестивалентным хромом в кислой среде с образованием соединения красно-фиолетового цвета. Отделение хрома от сопутствующих компонентов проводят сплавлением навески руды, концентрата или агломерата со смесью азотнокислого и углекислого натрия или со смесью перекиси натрия и углекислого натрия и выщелачиванием плава в воде. При отношении ванадия к хрому более чем 5:1 ванадий отделяют экстракцией хлороформом в виде оксихиолята.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 1000 °С;

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр;

натрия перекись;

натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

смесь для сплавления: смешивают азотнокислый натрий и углекислый натрий в соотношении 1:30;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 25 и 5 г/дм³;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 6 н. раствор: в мерную колбу вместимостью 1000 см³ прибавляют 700 см³ воды и 165 см³ серной кислоты, охлаждают, прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления бледно-розовой окраски, доливают до метки водой и перемешивают;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75 и разбавленную 1:8;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;

дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, раствор 2,5 г/дм³: 0,25 г дифенилкарбазида растворяют в 10 см³ уксусной кислоты, приливают 90 см³ этилового спирта и перемешивают;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Если двухромовокислый калий имеет квалификацию ч. д. а., его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г дву-

хромовокислого калия растворяют в 150 см³ воды при нагревании до кипения. Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают раствор ледяной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре 100—105 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200 °С в течение 10—12 ч;

стандартные растворы хрома:

раствор А: 0,2829 г двуххромовокислого калия, высушенного при 180—200 °С до постоянной массы, растворяют в 200 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг хрома;

раствор Б: 25 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг хрома;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор 1 г/дм³;

фильтры бумажные быстрофильтрующие, подготовленные следующим образом: фильтры смачивают раствором марганцовокислого калия концентрации 5 г/дм³, затем промывают водой до исчезновения розовой окраски;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 10 г/дм³;

аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор 100 г/дм³;

8-оксихинолин по ГОСТ 5847—76, раствор 25 г/дм³: 2,5 г 8-оксихинолина растворяют в 10 см³ уксусной кислоты, разбавленной 1:8, и доводят этим же раствором кислоты до 100 см³;

хлороформ медицинский;

метилловый оранжевый (пара-диметил-аминоазобензолсульфокислый натрий по ГОСТ 10816—64, индикатор, водный раствор 1 г/дм³).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески руды, концентрата или агломерата в зависимости от содержания хрома указана в табл. 1.

Для разложения навески применяют один из способов:

а — навеску руды, концентрата и агломерата помещают в корундовый или платиновый тигель, прибавляют 1—2 г смеси для сплавления в зависимости от величины навески, перемешивают платиновой палочкой и сплавляют при 980 ± 20 °С в течение 45 мин;

б — помещают 1 г углекислого натрия в никелевый тигель, добавляют навеску руды, концентрата или агломерата и 1 г перекиси натрия. Перемешивают сухим стальным шпателем. Нагревают тигель до расплавления смеси и плавят в никелевом тигле при температуре 700 ± 20 °С в течение 3 мин.

Таблица 1

| Массовая доля хрома, % | Масса навески, г | Объем аликвотной части, см ³ | Масса хрома в аликвотной части раствора, мг |
|------------------------|------------------|---|---|
| От 0,01 до 0,05 | 0,5 | 25 | 0,005—0,025 |
| « 0,05 » 0,1 | 0,2 | 15 | 0,006—0,012 |
| « 0,1 » 0,25 | 0,2 | 10 | 0,008—0,020 |
| « 0,25 » 0,5 | 0,2 | 5 | 0,010—0,025 |

2.2.2. Тигель с плавом после охлаждения помещают в стакан вместимостью 250 см³ и выщелачивают плав в 20—30 см³ горячей воды.

Тигель из стакана вынимают и обмывают водой. Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и дают отстояться. Аликвотную часть раствора (в соответствии с табл. 1) помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают до объема 20—30 см³ воды, 1 каплю индикатора фенолфталеина и затем при перемешивании 6 н. раствор серной кислоты до обесцвечивания раствора и в избыток 0,5 см³. Раствор перемешивают, нагревают до кипения для удаления оставшегося углекислого газа.

Если при этом выпадает осадок двуокиси кремния, раствор фильтруют через быстрофильтрующий фильтр, обработанный раствором марганцовокислого калия, и промывают водой. Конечный объем полученного раствора не должен превышать 70 см³. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ 6 н. раствора серной кислоты, перемешивают, приливают 5 см³ раствора дифенилкарбазида, доливают до метки водой и перемешивают.

2.2.3. Оптическую плотность раствора измеряют сразу после окрашивания на фотоэлектроколориметре с областью светопропускания 520—540 нм или спектрофотометре при длине волны 540 нм. Если в анализируемой руде, концентрате или агломерате присутствует ванадий, оптическую плотность измеряют через 10 мин после окрашивания раствора.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Для внесения поправки на содержание хрома в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт, оптическую плотность которого измеряют также относительно воды.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят содержание хрома по градуировочному графику.

2.2.3а. Если отношение ванадия к хрому более чем 5:1, аликвоту (в соответствии с табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и нейтрализуют 6 н. раствором серной кислоты по метиловому оранжевому (рН 3,5—4), переносят раствор в делительную воронку вместимостью 150 см³, прибавляют 0,1 см³ раствора 8-оксихинолина, 3 см³ хлороформа и раствор интенсивно встряхивают 1 мин. Органический слой отделяют, добавляют снова 0,1 см³ раствора 8-оксихинолина и экстракцию с хлороформом повторяют до обесцвечивания последнего хлороформного экстракта. Водный раствор фильтруют через фильтр средней плотности для удаления остатков хлороформа и промывают фильтр 3—4 раза водой. Приливают 3 см³ 6 н. раствора серной кислоты, нагревают до кипения, добавляют 1 см³ раствора азотнокислого серебра и 10 см³ раствора надсернохлористого аммония. Раствор кипятят 15—20 мин, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора дифенилкарбазида, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют, как указано в п. 2.2.3.

(Введен дополнительно, Изм. № 1)

2.2.4. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают 1, 2, 3, 4, 5, 6 см³ стандартного раствора хрома Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030 мг хрома, разбавляют водой до 50 см³, прибавляют 3 см³ 6 н. раствора серной кислоты, 5 см³ дифенилкарбазида, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 2.2.3.

2.2.5. Контрольный опыт для градуировочного графика получают согласно п. 2.2.4 без добавления стандартного раствора хрома.

По найденным значениям оптической плотности растворов за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям хрома строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю хрома (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot K}{m \cdot 1000}$$

где m_1 — масса хрома, найденная по градуировочному графику, мг;

K — коэффициент пересчета содержания хрома на содержание его в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 \cdot W_r}$$

где W_r — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

- 2.3.2. Допускаемые расхождения — по п. 3.3.2.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на окислении трехвалентного хрома до шестивалентного надсерноокислым аммонием в присутствии катализатора азотнокислого серебра. Шестивалентный хром восстанавливают раствором двойной серноокислой соли закиси железа-аммония, избыток которой титруют раствором марганцовокислого калия. Ванадий не мешает определению хрома.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:
печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 1000 °С;

калий пиросерноокислый по ГОСТ 7172—76;

натрий серноокислый 7-водный (кристаллический) по ГОСТ 429—76;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1, 1:9, 1:20 и 5 н.;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

аммоний надсерноокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 200 г/дм³;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 2,5 г/дм³;

марганец серноокислый 5-водный по ГОСТ 435—77, раствор 1 г/дм³;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор 50 г/дм³;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Если двухромовокислый калий имеет квалификацию ч. д. а., его необходимо перекристаллизовать согласно п. 2.1.1;

стандартные растворы хрома:

стандартный раствор хрома (VI): 28,2860 г двухромовокислого калия, высушенного при 180—200 °С до постоянной массы, растворяют в 200 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ полученного раствора содержит 10 мг хрома (VI);

стандартный раствор хрома (III): 10 см³ стандартного раствора хрома (VI) отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см³ прибавляют 10 см³ воды, 2—5 см³ 5 н. серной кислоты, добавляют кристаллики сернистокислого натрия до исчезновения желтой окраски двухромовокислого калия, затем осторожно кипятят для удаления сернистого газа. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки

водой и перемешивают. 1 см³ полученного раствора содержит 1 мг хрома (III);

соль закиси железа и аммония, двойную сернокислую (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор 12 г/дм³: 12 г соли Мора растворяют в 300 см³ серной кислоты, разбавленной 1:20. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, и перемешивают;

железо карбонильное (99,99 %), раствор 20 г/дм³: 20 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют в 100 см³ соляной кислоты, раствор окисляют, добавляя по каплям азотную кислоту, и выпаривают до сиропообразного состояния. К сиропообразному раствору добавляют 40 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят водой до 200 см³.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,03 н. раствор: 1,06 г соли растворяют в 1000 см³ воды, тщательно перемешивают, фильтруют через волокнистый асбест или стеклянную вату в склянку из темного стекла и выдерживают 6—8 сут. После этого раствор сифонируют и хранят в склянке из темного стекла;

потенциометрическая установка любого типа с электродами платианасыщенный — каломельный;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

натрия перекись;

натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839—77, высушенный при 110 °С в течение 1—1,5 ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.1.1. Установка титра раствора марганцовокислого калия

Для установки титра раствора марганцовокислого калия в платиновую чашку отбирают аликвотную часть стандартного раствора хрома (III), содержащую 10—20 мг хрома, добавляют раствор карбонильного железа соответственно его содержанию в пробе, прибавляют 30 см³ соляной кислоты, 10—15 см³ фтористоводородной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.2.

Титр раствора марганцовокислого калия (T) вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{(V \cdot C - V_1) \cdot 1000},$$

где m — масса хрома в аликвотной части стандартного раствора хрома, мг;

V — объем раствора соли Мора, см³;

C — соотношение между объемами раствора марганцовокислого калия и соли Мора;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, см^3 .

Соотношение между растворами соли Мора и марганцовокислого калия устанавливают следующим образом: в колбу вместимостью 500 см^3 приливают из бюретки 10 см^3 соли Мора, затем добавляют 100 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:20, 10 см^3 ортофосфорной кислоты и титруют раствором марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски раствора, устойчивой в течение 1 мин.

Соотношение (C) между объемами растворов соли Мора и марганцовокислого калия вычисляют по формуле

$$C = \frac{V_1}{V},$$

где V — объем раствора соли Мора, взятый для титрования, см^3 ;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование соли Мора, см^3 .

Титр раствора марганцовокислого калия можно устанавливать по шавелевокислоте натрию.

Для установления титра раствора марганцовокислого калия навеску массой $0,05—0,08 \text{ г}$ шавелевокислого натрия помещают в колбу вместимостью 250 см^3 , прибавляют 100 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:9, нагревают до $70—80 \text{ }^\circ\text{C}$ и титруют раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски раствора.

Титр раствора марганцовокислого калия (T) вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0,2588}{V_2},$$

где m — масса навески шавелевокислого натрия, г;

0,2588 — коэффициент пересчета количества шавелевокислого натрия на эквивалентное ему количество хрома;

V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3 .

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску руды, концентрата или агломерата массой 1 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 30 см^3 азотной кислоты, $10—15 \text{ см}^3$ фтористоводородной кислоты (в зависимости от содержания кремния в пробе) и 25 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до выделения обильных паров серного ангидрида. Остаток охлаждают, стенки чашки обмывают водой и раствор снова выпаривают до выделения обильных паров серного ангидрида.

Навеску руды, концентрата или агломерата, содержащую пирит и органические примеси, перед растворением в смеси кислот следует прокалить в фарфоровом тигле при температуре 700 °С.

После охлаждения соли растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтровальной массы. Фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 500 см³, промывают платиновую чашку горячей водой 2—3 раза и 8—10 раз фильтр с осадком. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, прокаливают при 600—700 °С и охлаждают. К остатку прибавляют 0,5—1 г пиросерникового калня (в зависимости от величины осадка) и сплавляют при 750—800 °С до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают в 50 см³ горячей воды, тигель удаляют из стакана, обмывают его водой и раствор присоединяют к основному раствору. При щелочном сплавлении навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1 г помещают в железный или серебряный тигель, прибавляют десятикратное количество перекиси натрия и углекислого натрия в отношении 1:1. Перемешивают сухим стальным шпателем. Нагревают тигель до расплавления смеси и плавят при (700 ± 20) °С в течение 3 мин. Плав охлаждают и выщелачивают в 200 см³ горячей воды в стакане вместимостью 400—600 см³. Тигель вынимают, ополаскивают водой. Раствор нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:1, и прибавляют еще 25 см³ той же кислоты. Прибавляют несколько капель перекиси водорода для растворения осадка, прозрачный раствор кипятят для разрушения избытка перекиси водорода.

К объединенному раствору, объем которого должен быть 250—300 см³, прибавляют 10 см³ ортофосфорной кислоты и 10 см³ раствора азотнокислого серебра. Раствор нагревают до кипения, прибавляют 15—20 см³ раствора надсерникового аммония и кипятят до появления бледно-розовой окраски (3—5 мин). Если в процессе кипячения раствор не окрашивается, прибавляют 3—4 капли раствора серникового марганца и продолжают кипятить до появления розовой окраски. К горячему раствору прибавляют 10 см³ раствора хлористого натрия, затем раствор кипятят до исчезновения розовой окраски и охлаждают до комнатной температуры.

К раствору добавляют из бюретки раствор соли Мора до перехода окраски жидкости из желтой в зеленовато-голубую и еще 5—7 см³ в избыток. Избыток соли Мора титруют раствором марганцовокислого калня до появления бледно-розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 1 мин.

3.2.2. Допускается потенциметрическое титрование с электродами платинанасыщенный — каломельный.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю хрома (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot (C \cdot V - V_1) \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в миллиграммах хрома на миллилитр раствора;

C — соотношение между растворами соли Мора и марганцовокислого калия;

V — объем раствора соли Мора, см³;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, см³;

K — коэффициент пересчета содержания хрома на содержание его в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_f},$$

где W_f — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %;

m — масса навески, г.

3.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля хрома, % | Допускаемое расхождение, % |
|------------------------|----------------------------|
| От 0,01 до 0,015 | 0,005 |
| Св. 0,015 » 0,025 | 0,007 |
| » 0,025 » 0,05 | 0,01 |
| » 0,05 » 0,1 | 0,015 |
| » 0,1 » 0,2 | 0,02 |
| » 0,2 » 0,5 | 0,03 |
| » 0,5 » 1 | 0,05 |
| » 1 » 2 | 0,08 |
| » 2 » 5 | 0,1 |
| » 5 » 7 | 0,15 |

Изменение № 2 ГОСТ 23581.5—79 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения содержания хрома

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.85 № 2136 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Вводная часть. Заменить слова: «от 0,01 до 0,5 %» на «от 0,005 до 0,5 %»; «более 0,5 %» на «свыше 0,5 до 7 %».

Пункт 2.1.1. Девятый абзац. Заменить слова: «6 н. раствор» на «раствор 3 моль/дм³».

Пункт 2.2.1. Третий абзац. Заменить значение: 980 ± 20 °С на $950—1000$ °С; четвертый абзац. Заменить значение: 700 ± 20 °С на $700—750$ °С; после слов «в никелевый» дополнить словами: «или стеклогуглеродный»; после слов «в течение 3 мин» дополнить словами: «или в стеклогуглеродном тигле при температуре (640 ± 20) °С в течение 2—4 мин»;

таблицу 1 дополнить значением:

| Массовая доля хрома, % | Масса навески, г | Объем аликвотной части, см ³ | Масса хрома в аликвотной части раствора, мг |
|------------------------|------------------|---|---|
| От 0,005 до 0,01 | 0,5 | 50 | 0,005—0,010 |

графа «Масса хрома в аликвоте раствора, мг». Заменить значение 0,010 — 0,025 на 0,010 — 0,020.

Пункт 2.2.2. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Тигель с плавом после охлаждения помещают в стакан вместимостью 250 см³ и выщелачивают плав в 80—100 см³ горячей воды. Тигель вынимают из стакана и обмывают водой. Раствор кипятят несколько минут для разрушения перекиси подо-

(Продолжение см. с. 52)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23581,5—79)

рода, охлаждают и вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через плотный фильтр в сухой стакан. Аликвоту раствора (в соответствии с табл. 1) помещают в стакан вместимостью 100 см³, доливают водой до объема 20—30 см³, 1 каплю индикатора фенолфталеина и затем при перемешивании раствор 3 моль/дм³ серной кислоты до обесцвечивания раствора и в избыток 0,5 см³. Раствор перемешивают, нагревают до кипения для удаления оставшегося углекислого газа;

третий абзац. Заменить слова: «б н. раствор» на «раствор 3 моль/дм³».

Пункт 2.2.3а. Заменить значение и слова: 5:1 на 10:1; «б н. раствор» на «раствор 3 моль/дм³».

Пункт 3.1.1. Четвертый абзац. Заменить слова: «натрий сернистокислый» на «натрий сернистоокислый»;

шестой абзац. Заменить значение: 5 н. на 2,5 моль/дм³; дополнить абзацем (после двенадцатого): «кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 в разбавленную 1:1;

водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор»;

семнадцатый абзац. Заменить значение: 5 н. на «раствора 2,5 моль/дм³».

Пункт 3.2.2. Первый абзац после слов «массой 1 г» дополнить словами: «при массовой доле хрома до 2 % и 0,25 г при массовой доле хрома более 2 %»;

четвертый абзац. Заменить значение: 0,5—1 г на 1—2 г, 700±20 °С на 700—750 °С; после слов «избытка перекиси водорода» дополнить абзацем: «Затем раствор переводят в коническую колбу вместимостью 500 см³, при необходимости фильтруя через фильтр средней плотности».

Пункт 3.3.2. Таблица 2. Графа «Массовая доля хрома, %». Заменить значения: «От 0,01 до 0,15» на «От 0,005 до 0,01»; «Св. 0,015 до 0,025» на «Св. 0,01 до 0,025»;

графа «Допускаемое расхождение, %». Заменить значения: 0,005 на 0,003, 0,007 на 0,005.

Пункт 3.3.2. Исключить слово: «параллельных».

(ИУС № 10 1985 г.)