УДК 622.341.1:546.72.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Метод определения железа (общего)

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Method for the determination of total iron

ГОСТ 23581.18—81

Взамен ГОСТ 12747—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1190 срок действия установлен

с 01.01.1982 г.
до 01.07.1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает титриметрический метод определения общего железа при массовой доле от 15 до 70%.

Метод основан на восстановлении трехвалентного железа раствором двухлористого олова до двухвалентного и титровании последнего раствором двухромовокислого калия в присутствии индикатора—дифениламиносульфоната натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 23581.0—80.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

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

железо карбонильное (99,99%);

олово по ГОСТ 860—75, не менее 99,9%;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76;

алюминий щавелевокислый по ГОСТ 5712—78;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

магния окись по ГОСТ 4526—75, предварительно прокаленную и просеянную после растирания в фарфоровой ступке через сито 0,5 мм;

натрия перекись;

смесь для спекания: десять частей безводного углекислого натрия тщательно смешивают с четырьмя частями аммония щавелевокислого или щавелевой кислоты и одной частью азотнокислого калия;

смесь для сплавления: одну часть безводного углекислого натрия смешивают с двумя частями перекиси натрия;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор 400 г/дм³ (хранят в полиэтиленовом сосуде);

аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1 : 1; 1:10;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1 : 9;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80, разбавленную 1:4;

кислоту борную по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор;

водорода перекись по ГОСТ 10929—76;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79, раствор 30 г/дм³;

ртуть хлорную, раствор 20 г/дм³;

окись ртути, желтую по ГОСТ 5230—74, суспензия 56 г/дм³;

дифениламин-4 сульфокислоты натриевая соль (дифениламиносульфонат натрия), индикатор, раствор 0,2 г/дм³: 0,2 г индикатора растворяют в 1 дм³ фосфорной кислоты, разбавленной 1 : 4;

олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор А, 1000 г/дм³: 1000 г двухлористого олова растворяют при нагревании и перемешивании в 500 см³ соляной кислоты, разбавляют этой же кислотой до 1 дм³ и перемешивают. Раствор Б, 100 г/дм³: к 100 см³ раствора А приливают 150 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до 1 дм³, прибавляют 2—3 гранулы металлического олова и перемешивают. Раствор хранят в закрытой склянке;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75. Если двухромовокислый калий имеет квалификацию «ч.д.а.», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двухромовокислого 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 холодной 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 температуре 180—200°С в течение 10—12 ч;

титрованные растворы двухромовокислого калия: 4,3900 г (для раствора А) и 8,7800 г (для раствора Б) двухромовокислого ка-

лия, высушенного при 180—200°С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 300 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А соответствует 0,005 г железа; 1 см³ раствора Б соответствует 0,01 г железа.

Допускается применять рабочие растворы двухромовокислого калия (4,4 или 8,8 г/дм³), массовую концентрацию которых по железу в г/см³ устанавливают либо по стандартному образцу, проведенному через стадии анализа, либо по карбонильному железу.

Массовую концентрацию (C) раствора двухромовокислого калия по карбонильному железу устанавливают следующим образом: навеску железа (карбонильного) массой 0,2—0,3 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см³, смачивают водой, прибавляют 15—20 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения навески, не допуская кипения. К горячему раствору по каплям при перемешивании прибавляют раствор двухлористого олова Б до обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток. После восстановления железа стенки обмывают водой, прибавляют 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 9, 100—120 см³ воды и перемешивают. После охлаждения прибавляют 3—5 см³ раствора хлорной ртути или 5 см³ суспензии окиси ртути и снова перемешивают. При этом должен образовываться небольшой белый осадок хлористой ртути. Если осадок не образуется или его образуется слишком много и если он окрашен в темный цвет металлической ртутью, анализ следует повторить. Через 5 мин после прибавления хлорной ртути прибавляют 10 см³ раствора дифениламиносульфоната натрия и сразу титруют раствором двухромовокислого калия (4,4 или 8,8 г/дм³).

Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

Массовую концентрацию (C) в граммах на кубический сантиметр рабочего раствора двухромовокислого калия по железу (карбонильному) вычисляют по формуле

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

где m — масса навески карбонильного железа, г;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³.

Для определения массовой концентрации рабочего раствора по стандартному образцу берут навеску соответствующего стандартного образца и проводят определение, как описано выше для железа (карбонильного).

Массовую концентрацию рабочего раствора двухромовокислого калия, установленную по стандартным образцам, периодически контролируют по титрованному раствору двухромовокислого калия (А и Б). Для этого раствор стандартного образца, проведенный через стадии анализа, титруют параллельно рабочим и титрованным раствором двухромовокислого калия.

Массовую концентрацию (C_1) в граммах на кубический сантиметр рабочего раствора двухромовокислого калия по железу в стандартном образце вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{mV}{V_1},$$

где m — количество железа, соответствующее 1 см³ титрованного раствора, г;

V — объем титрованного раствора, израсходованный на титрование навески стандартного образца, см³;

V_1 — объем рабочего раствора, израсходованный на титрование навески стандартного образца, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для материалов, содержащих меди и мышьяка до 0,1%

3.1.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см³, смачивают водой, приливают 1 см³ раствора фтористого аммония или 0,3—0,5 г фтористого натрия, 15—20 см³ соляной кислоты, 0,5 см³ раствора хлористого олова А и растворяют при слабом нагревании.

Допускается вместо фторида аммония (натрия) прибавлять в кипящий раствор 0,5—1 см³ фтористоводородной кислоты.

При разложении руд, железо которых полностью переходит в раствор при нагревании в соляной кислоте, прибавление фторида аммония (натрия) или фтористоводородной кислоты не обязательно.

Руды, содержащие пирит и органические примеси, перед растворением предварительно прокаливают при 550—700°С в течение 10—15 мин.

3.1.2. В случае труднорастворимых руд разложение навески проводят следующим образом: навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,5 г помещают в фарфоровый тигель с неповрежденной глазурью и перемешивают с 1,5 г смеси для спекания до получения однородной по цвету массы.

Полученную смесь заворачивают в конденсаторную или папиросную бумагу, одновременно уплотняя ее, и очищают тигель от остатков 0,1—0,2 г смеси для спекания. Ампулообразный кулечек помещают в другой фарфоровый тигель на уплотненную под-

кладку из 0,3—0,5 г окиси магния и прокаливают в муфельной печи при 750—800°С в течение 15—20 мин. При спекании навесок легкоплавких рудных материалов не следует поднимать температуру печи выше 780°С.

Спекшуюся массу вместе с минимальным количеством окиси магния переносят в коническую колбу вместимостью 250—500 см³, приливают 10 см³ горячей воды и осторожно нагревают до кипения, периодически перемешивая. Затем приливают 1 см³ раствора фтористого аммония или прибавляют 0,3—0,5 г фтористого натрия и, наклонив колбу, осторожно, по стенкам приливают 20 см³ соляной кислоты. Накрывают колбу часовым стеклом и после прекращения бурной реакции приливают 0,5 см³ раствора двухлористого олова А и кипятят до исчезновения темноокрашенных частиц.

Если при растворении навески добавлен избыток двухлористого олова (окраска хлорного железа отсутствует), приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой светло-желтой окраски и проводят восстановление трехвалентного железа, как описано ниже.

3.1.3. При содержании ванадия до 0,2% к горячему раствору, полученному по пп. 3.1.1 или 3.1.2, осторожно по каплям приливают при перемешивании раствор двухлористого олова Б до обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток.

После восстановления железа стенки колбы обмывают водой, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 9, 100—120 см³ воды и перемешивают. После охлаждения приливают 3—5 см³ раствора хлорной ртути или 5 см³ суспензии окиси ртути и снова перемешивают.

При этом должен образоваться небольшой белый осадок хлористой ртути. Если осадок не образуется или его образуется слишком много и если он окрашен в темный цвет металлической ртутью, анализ следует повторить.

Через 5 мин после прибавления хлорной ртути приливают 10 см³ раствора дифениламиносульфоната натрия и сразу титруют титрованным или рабочим раствором двухромовокислого калия А при массовой доле железа до 25% или Б при массовой доле железа свыше 25% до перехода зеленой окраски раствора в темно-фиолетовую.

3.1.4. При содержании ванадия более 0,2% раствор, полученный по пп. 3.1.1 или 3.1.2, доливают до 100—120 см³ горячей водой. К горячему раствору осторожно по каплям прибавляют при перемешивании раствор двухлористого олова Б до обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток.

После восстановления железа стенки колбы обмывают водой, прибавляют 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 9, раствор доливают (при необходимости) до 150 см³ водой и перемешивают.

После охлаждения раствора прибавляют 3—5 см³ раствора хлорной ртути или 5 см³ суспензии окиси ртути, снова перемешивают и далее продолжают, как указано в п. 3.1.3.

Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

3.2. Для материалов, содержащих мышьяка и меди более 0,1%

3.2.1. Навеску железной руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,2—0,4 г сплавляют в корундовом тигле с 4 г смеси для сплавления при 900—1000°С или в стеклоуглеродном тигле при 600—650°С. После охлаждения тигля плав выщелачивают в стакане вместимостью 400 см³, приливая 100 см³ горячей воды. Тигель удаляют, обмывают его водой. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности с добавлением фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают 6—8 раз горячей водой, фильтрат отбрасывают.

Тигель обмывают соляной кислотой, разбавленной 1 : 10, собирая жидкость в стакан вместимостью 400 см³.

Осадок на фильтре растворяют в горячей соляной кислоте, разбавленной 1 : 1, собирая раствор в тот же стакан вместимостью 400 см³. Фильтр промывают соляной кислотой, разбавленной 1:10, а затем несколько раз водой и отбрасывают. К раствору в стакане приливают 5 см³ перекиси водорода, доводят почти до кипения и осаждают гидроокись железа (III), прибавляя по каплям водный раствор аммиака до появления сильного запаха. Раствор кипятят и оставляют в теплом месте на 20 мин для коагуляции осадка, а затем фильтруют через быстрофильтрующий бумажный фильтр, перенося количественно осадок из стакана на фильтр.

Осадок гидроокиси железа (III) промывают несколько раз горячей водой, фильтрат отбрасывают. Затем осадок с фильтра смывают водой в стакан, где производилось осаждение гидроокиси железа (III), фильтр промывают 20—30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, затем соляной кислотой, разбавленной 1 : 10, затем горячей водой и отбрасывают.

Осаждение гидроокиси железа (III) при массовой доле меди свыше 0,5% повторяют, как описано выше.

Раствор выпаривают до объема 25—30 см³.

К раствору, нагретому до 80—90°С, приливают 1 см³ раствора фтористого аммония, затем по каплям прибавляют раствор хлористого олова Б до обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток.

После восстановления железа стенки стакана обмывают водой, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 9, содержимое переливают в коническую колбу вместимостью 250—500 см³, тщательно обмывая стакан водой. Раствор доливают водой до 130—150 см³, перемешивают, охлаждают, приливают к нему 3—5 см³ раствора хлорной ртути или 5 см³ суспензии окиси ртути и

снова перемешивают.

При этом должен образоваться небольшой белый осадок хлористой ртути. Если осадок не образуется или его образуется слишком много и если он окрашен в темный цвет металлической ртутью, анализ следует повторить.

Через 5 мин после прибавления хлорной ртути приливают 10 см³ борной кислоты, 10 см³ раствора дифениламиносульфоната натрия и сразу титруют рабочим или титрованным раствором двухромовокислого калия до перехода зеленой окраски раствора в темно-фиолетовую.

Допускается потенциометрический способ титрования с использованием потенциометра с насыщенным каломельным и платиновым электродами.

Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа (общего) (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия по железу, г/см³;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m — масса навески, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли железа (общего) на массовую долю его в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100-W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

4.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля железа (общего), %	Допускаемое расхождение, %
От 15 до 30	0,25
Св. 30 „ 50	0,3
„ 50 „ 70	0,4

Изменение № 1 ГОСТ 23581.18—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения железа (общего)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.86 № 3720 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Вводная часть. Заменить значение: 70 % на 72,5 %; дополнить абзацем: «Стандарт соответствует СТ СЭВ 481—77 в части 3.2».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 800 °С;

потенциометрическую установку с электродами: платина-насыщенный каломельный, платина-хлорсеребряный или платина-вольфрамовый;

тигли фарфоровые низкие № 2 или № 3 по ГОСТ 9147—80;

тигли корундовые или стеклоуглеродные;

железо карбонильное (99,99 %);

олово по ГОСТ 860—75, не менее 99,9 %;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76;

аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

магния окись по ГОСТ 4526—75, предварительно прокаленную и просеянную после растирания в фарфоровой ступке, через сито 0,5 мм;

натрия перекись;

смесь для спекания: десять частей безводного углекислого натрия тщательно смешивают с четырьмя частями аммония щавелевокислого или щавелевой кислоты и одной частью азотнокислого калия;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор 400 г/дм^3 (хранят в полиэтиленовой посуде);

аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1, 1:10;

(Продолжение см. с. 50)

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:9;
кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80, разбавленную 1:4;
кислоту хлорную, плотностью 1,51 или 1,67 г/см^3, разбавленную 1:1;
кислоту борную по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор;
водорода перекись по ГОСТ 10929—76;
калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 30 г/дм^3;
ртуть хлорную, раствор 20 г/дм^3;
ртути окись желтую по ГОСТ 5230—74 или ртути окись красную, суспензию 20 г/дм^3;
титан треххлористый по ГОСТ 311—78; 2 %-ный раствор на соляной кислоте, разбавленной 1:1;
дифениламин-4-сульфокислоты натриевую соль (дифениламино-сульфонат натрия), индикатор, раствор 0,2 г/дм^3: 0,2 г индикатора растворяют в 1 дм^3 фосфорной кислоты, разбавленной 1:4;
олово двухлористое, 2-водное, по ГОСТ 36—78, раствор А, 1000 г/дм^3: 1000 г двухлористого олова растворяют при нагревании и перемешивании в 500 см^3 соляной кислоты, разбавляют этой же кислотой до 1 дм^3 и перемешивают Раствор Б, 100 г/дм^3: к 100 см^3 раствора А приливают 150 см^3 соляной кислоты, разбавляют водой до 1 дм^3, прибавляют 2—3 гранулы металлического олова и перемешивают. Раствор хранят в закрытой склянке;
калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75. Если двухромовокислый калий имеет квалификацию «ч. д. а.», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 150 см^3 воды, нагревая до кипения. Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают чашку с раствором холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре 100—150 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при температуре 180—200 °С в течение 10—12 час;

титрованные растворы двухромовокислого калия: 4,3900 г (для раствора А) и 7,0239 г (для раствора Б) двухромовокислого калия, высушенного при температуре 180—200 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 500 см^3 и растворяют в 300 см^3 воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

(Продолжение см. с. 51)

1 см³ раствора А соответствует 0,005 г железа;

1 см³ раствора Б соответствует 0,008 г железа.

Допускается применять титрованные растворы двухромовокислого калия (4,4 или 7,0 г/дм³), массовую концентрацию которых по железу в г/см³ устанавливают либо по карбонильному железу, либо по стандартному образцу, проведенному через стадии анализа.

Массовую концентрацию (*С*) раствора двухромовокислого калия по карбонильному железу устанавливают следующим образом: навеску железа (карбонильного) массой 0,1 г (для раствора А) или 0,2—0,3 г (для раствора Б) помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см³, смачивают водой, прибавляют 15—20 см³ соляной кислоты, 0,3—0,5 см³ раствора двухлористого олова А и нагревают до растворения навески, не допуская кипения. Затем проводят восстановление и титрование, как указано в п. 3.1.3.

Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

Массовую концентрацию титрованного раствора двухромовокислого калия (*С*) в граммах железа на кубический сантиметр (по железу карбонильному) вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_1}{V - V_1},$$

где m_1 — масса навески карбонильного железа, г;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора железа, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Для определения массовой концентрации раствора двухромовокислого калия по стандартному образцу берут навеску соответствующего стандартного образца и проводят определение, как указано в пп. 3.1 или 3.2.

Массовую концентрацию (*С*) титрованного раствора двухромовокислого калия в граммах железа на кубический сантиметр (по стандартному образцу) вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m}{100(V_2 - V_1)},$$

где A — массовая доля железа в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V_2 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование стандартного образца, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³».

Пункт 3 1. Наименование изложить в новой редакции: «3.1. Для материалов, содержащих до 0,1 % меди и мышьяка».

Пункт 3.1.1. Первый абзац. Заменить слова: «0,5 см³ раствора хлористого олова А и растворяют при слабом нагревании» на «и растворяют при слабом нагревании в присутствии раствора двухлористого олова А, прибавляемого по каплям до обесцвечивания раствора (0,3—0,7 см³);

второй абзац. Заменить слово: «кипящий» на «горячий»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Навеску пробы, содержащей сульфиды и органические примеси, перед растворением предварительно прокаливают в фарфоровом тигле при температуре 550—700 °С в течение 10—15 мин»

Пункт 3.1 2. Второй абзац. Заменить слова: «При спекании навесок легкоплавких рудных материалов не следует поднимать температуру печи выше 780 °С» на «Спекание легкоплавких рудных материалов и пиритных руд проводят при температуре 650—680 °С»;

третий абзац Заменить слова: «приливают 0,5 см³ раствора двухлористого олова А и кипятят до исчезновения темноокрашенных частиц» на «прибавляют

(Продолжение см. с. 52)

о каплям раствор двухлористого олова А до обесцвечивания раствора (0,3—0,7 см³) и нагревают до исчезновения темноокрашенных частиц»;

четвертый абзац исключить;

пункт дополнить примечанием: «Примечание. Если при растворении навески любым способом добавлен избыток двухлористого олова (окраска хлорного железа отсутствует), прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой желтой окраски и проводят восстановление трехвалетного железа, как описано ниже».

Пункт 3.1.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Содержание ванадия до 0,2 %.

Восстановление проводят по одному из способов.

Способ 1. К горячему раствору, полученному по пп. 3.1.1 или 3.1.2, осторожно по каплям приливают при перемешивании раствор двухлористого олова Б до обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Через 5 мин после прибавления хлорной ртути приливают 10 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия и сразу титруют раствором двухромовокислого калия Б (при массовой доле железа менее 25 % можно использовать раствор А) до перехода зеленой окраски раствора в темно-фиолетовую»;

дополнить абзацем (после четвертого):

«Способ 2. К горячему раствору, полученному по пп. 3.1.1 или 3.1.2, осторожно по каплям при перемешивании прибавляют раствор двухлористого олова Б до соломенно-желтой окраски, затем по каплям раствор трехлористого титана до обесцвечивания и 1—2 капли в избыток. Раствор перемешивают, приливают 5 см³ хлорной кислоты, разбавленной 1:1, снова перемешивают, обмывают стенки колбы водой, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9, и 100—120 см³ воды. После охлаждения приливают 10 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия, перемешивают и титруют раствором двухромовокислого калия А или Б до перехода зеленой окраски в темно-фиолетовую».

Пункт 3.1.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «При содержании ванадия более 0,2 % раствор, полученный по пп. 3.1.1 или 3.1.2, доливают до 100—120 см³ горячей водой, затем проводят восстановление железа по одному из способов, указанных в п. 3.1.3»;

второй абзац исключить;

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.1.5, 3.1.6: «3.1.5. Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

3.1.6. Допускается потенциометрический способ титрования на потенциометрической установке с парой электродов: платина-насыщенный каломельный, платина-хлорсеребряный, платина-вольфрамовый до остановки стрелки вольтметра. При потенциометрическом способе титрования берут навеску пробы массой 0,3 г».

Пункт 3.2. Наименование изложить в новой редакции: «3.2. Для материалов, содержащих более 0,1 % мышьяка и меди».

Пункт 3.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «сплавляют в корундовом тигле с 4 г смеси для сплавления при 900—1000 °С» на «помещают в корундовый или стеклоуглеродный тигель, в который предварительно помещают 1,5 г углекислого натрия, прибавляют 2,5 г перекиси натрия, тщательно перемешивают до получения однородной по цвету массы и сплавляют при 600—750 °С в корундовом тигле».

седьмой абзац изложить в новой редакции: «К раствору, нагретому до 80—90 °С приливают 1 см³ раствора фтористого аммония, затем проводят восстановление и титрование железа, как указано в п. 3.1.3. Перед прибавлением дифениламинсульфоната натрия приливают 10 см³ раствора борной кислоты»;

восьмой — одиннадцатый абзацы исключить.

Пункт 4.1. Формула и экспликация. Заменить обозначение: V на V_3.

gost.e-ecolog.ru

[illegible] Таблица. Графа «Массовая доля железа (общего), %». Заменить значение: «50», «70» на «св. 50 до 72,5».

(ИУС № 2 1987 г.)