УДК 622.345-15 : 546.815.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ ОЛОВЯННЫЕ
Методы определения содержания свинца

Tin concentrates Methods for the determination of lead content

ГОСТ 22221.6—76

Взамен ГОСТ 13176—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 2 ноября 1976 г. № 2484 срок действия установлен

с 01.01. 1978 г.
до 01.01. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на оловянные концентраты всех марок и устанавливает полярографический, атомно-абсорбционный и титриметрический методы определения свинца.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ РС 4141—73 в части, касающейся полярографического метода определения содержания свинца.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22221.0—76.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА
(при содержании свинца до 5%)

Метод основан на полярографическом определении содержания свинца в солянокислой среде. Олово отгоняют в виде бромида. Остальные мешающие примеси отделяют цементацией на металлическом железе.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

полярограф с наложением постоянного напряжения;

электроды: катод — ртутный капельный; анод — насыщенный каломельный (н.к.э.);

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67 и разбавленную 1 : 3;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—67 и разбавленную 1 : 4;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—73;

gost.e-ecolog.ru

бром по ГОСТ 4109—64;

кислоту бромистоводородную по ГОСТ 2062—67;

смесь кислот для растворения, содержащую 60 мл фтористоводородной кислоты на 800 мл соляной кислоты. Смесь хранят в полиэтиленовом сосуде;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—66;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—65, свежеприготовленный раствор концентрации 10 г/л;

порошок железный по ГОСТ 9849—74;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76;

свинец не ниже марки С0 по ГОСТ 3778—74;

стандартный раствор свинца; готовят следующим образом: 1 г свинца помещают в стакан вместимостью 300 мл и растворяют при нагревании в 20 мл разбавленной 1 : 4 азотной кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 15 мл соляной кислоты и выпаривают почти досуха. Повторяют выпаривание дважды, используя каждый раз по 5 мл соляной кислоты. К сухому остатку добавляют 5 г хлористого натрия и приливают 100 мл разбавленной 1 : 3 соляной кислоты. Раствор перемешивают, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки разбавленной 1 : 3 соляной кислотой и перемешивают. 1 мл раствора содержит 1 мг свинца.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. *Для концентратов, не содержащих растворимых соединений олова*

2.2.1.1. Масса навески концентрата, вместимость мерных колб, применяемых для разведения анализируемого раствора, в зависимости от содержания свинца указаны в табл. 1.

Таблица 1

Содержание свинца, %	Масса навески, г	Вместимость мерных колб, мл
От 0,01 до 0,1	2	50
Св. 0,1 „ 0,5	1	100
„ 0,5 „ 3	0,5	250
„ 3 „ 5	0,5	500

Навеску помещают в стакан вместимостью 300 мл, смачивают водой, приливают смесь кислот для растворения и нагревают в течение 10—15 мин. К раствору приливают 10 мл азотной кислоты и выпаривают до влажных солей.

Если при прибавлении азотной кислоты неразложившиеся сульфиды окисляются с образованием серы, приливают 0,5—1 мл брома и выдерживают без нагревания в течение 15—20 мин. Затем раствор нагревают до удаления брома и выпаривают до влаж-

ных солей. Остаток обрабатывают 10 мл соляной кислоты и раствор выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют еще раз. Сухой остаток смачивают 20 мл разбавленной 1 : 3 соляной кислоты, прибавляют 1 г хлористого натрия и нагревают 2—3 мин. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1, приливают раствор желатина из расчета 1 мл на каждые 100 мл объема колбы, доливают до метки разбавленной 1 : 3 соляной кислотой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухую пробирку, прибавляют 0,2—0,3 г порошка железа, перемешивают и оставляют на 45—60 мин. Далее раствор фильтруют через ватный тампон, собирая фильтрат в электролизер, и полярографируют свинец в интервале от минус 0,25 В до минус 0,65 В по отношению к н.к.э.

Одновременно проводят полярографирование серии растворов с известным содержанием свинца.

Для приготовления серии растворов в мерные колбы вместимостью по 100 мл отмеривают микробюреткой 0,5; 1; 2; 5; 7,5 и 10 мл стандартного раствора свинца, приливают 1 мл раствора желатина, доливают до метки разбавленной 1 : 3 соляной кислотой, перемешивают и далее поступают, как описано выше.

2.2.2. *Для концентратов, содержащих растворимые формы олова*

2.2.2.1. Навеску массой, указанной в табл. 1, помещают в стакан вместимостью 300 мл, смачивают водой и разлагают кислотами с добавлением брома, как описано в п. 2.2.1.

К сухому остатку приливают 20 мл бромистоводородной кислоты, несколько капель перекиси водорода и выпаривают раствор досуха.

Обработку бромистоводородной кислотой повторяют трижды, приливая каждый раз по 5—10 мл кислоты. Остаток обрабатывают 10 мл азотной кислоты, выпаривают досуха, приливают 10 мл соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют. Сухой остаток смачивают 20 мл разбавленной 1 : 3 соляной кислоты, прибавляют 1 г хлористого натрия и далее продолжают анализ, как описано в п. 2.2.1.1.

Одновременно проводят полярографирование растворов с известным содержанием свинца, как указано в п. 2.2.1.1.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Содержание свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot 100}{m \cdot K \cdot 10^6},$$

где H — высота волны свинца при полярографировании анализируемого раствора за вычетом высоты волны свинца в контрольном опыте, мм;

V — объем разведенного анализируемого раствора, мл;

K — средняя величина отношений высот волн, полученных при полярографировании серии растворов с известным содержанием свинца, к концентрациям этих же растворов, мм·л/мг;

m — масса навески, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Содержание свинца, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,05	0,005
Св. 0,05 „ 0,1	0,03
„ 0,1 „ 0,3	0,05
„ 0,3 „ 0,5	0,06
„ 0,5 „ 1	0,09
„ 1 „ 2	0,13
„ 2 „ 3	0,16
„ 3 „ 5	0,2

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА (при содержании до 10%)

Метод основан на избирательном поглощении света от стандартного источника атомами определяемого элемента.

Анализ проводят из раствора после разложения навески смесью соляной и фтористоводородной кислот в присутствии азотной кислоты. Фотометрирование производят, используя атомно-абсорбционный спектрофотометр, в котором атомизатором служит ацетилено-воздушное пламя, а источником излучения — лампа с полым катодом.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр атомно-абсорбционный;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—67, разбавленную 1:1 и 1:4;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—73;

бром по ГОСТ 4109—64;

смесь кислот для растворения, содержащую 60 мл фтористоводородной кислоты на 800 мл соляной кислоты. Смесь хранят в полиэтиленовом сосуде;

свинец не ниже марки СО по ГОСТ 3778—74;

стандартные растворы свинца;

раствор А; готовят следующим образом: 1 г свинца помещают в стакан вместимостью 300 мл и растворяют при нагревании в 50 мл разбавленной 1 : 4 азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления окислов азота, приливают 50 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора содержит 1 мг свинца;

раствор Б; готовят следующим образом: 25 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 0,1 мг свинца.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Масса навески концентрата, вместимость мерных колб, применяемых для разведения анализируемого раствора, и аликвотная часть раствора указаны в табл. 3.

Таблица 3

Содержание свинца, %	Масса навески, г	Вместимость мерных колб, мл	Аликвотная часть раствора, мл
От 0,01 до 0,05	1	50	Весь раствор
Св. 0,05 „ 0,5	0,5	250	Весь раствор
„ 0,5 „ 1	0,5	250	10
„ 1 „ 5	0,25	250	10
„ 5 „ 10	0,25	250	5

3.2.2. Навеску помещают в стакан вместимостью 300 мл, смачивают водой, приливают 30 мл смеси кислот для растворения и нагревают 10—15 мин. К раствору приливают 10 мл азотной кислоты и выпаривают до влажных солей.

Если при прибавлении азотной кислоты неразложившиеся сульфиды окисляются с образованием серы, приливают 0,5—1 мл брома и выдерживают без нагревания в течение 15—20 мин. Затем раствор нагревают до удаления брома и выпаривают до влажных солей. Остаток обрабатывают 10 мл азотной кислоты и выпаривают досуха, не перекаливая. К сухому остатку приливают разбавленную 1 : 1 азотную кислоту из расчета 15 мл на 100 мл объема разведения (см. табл. 3).

Содержимое стакана нагревают 2—3 мин, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 3. Раствор доливают водой до метки колбы, перемешивают и отстаивают. Отбирают прозрачный слой раствора и проводят фотометрирование, используя атомно-абсорбционный спектрофотометр, в котором атомизатором служит ацетиленово-воздушное пламя, а источником излучения — лампа с полым катодом. Аналитическая линия свинца — 283,8 нм.

В случае необходимости проводят дополнительное разведение аликвотной части раствора, объем которой указан в табл. 3, до объема 50 мл. При этом в растворе должно содержаться 7,5 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты на 50 мл объема.

Фотометрирование для каждой навески проводят три раза и принимают к расчету среднее арифметическое результатов трех измерений с учетом результата, полученного при фотометрировании раствора контрольного опыта. Концентрацию свинца устанавливают по градуировочному графику.

Одновременно с анализируемыми растворами проводят фотометрирование серии растворов с известным содержанием свинца и по результатам строят градуировочный график.

3.2.3. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают 0,5; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 10; 15 и 20 мл стандартного раствора Б, приливают 15 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Далее фотометрируют раствор, как описано в п. 3.2.2.

По полученным средним значениям оптической плотности и известным концентрациям свинца в серии растворов строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Содержание свинца (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m \cdot 10^6},$$

где C — концентрация фотометрируемого раствора, мкг/мл;

V — исходный объем раствора, мл;

V_1 — объем разбавления аликвотной части раствора, мл;

V_2 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений величин, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Содержание свинца, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,05	0,005
Св. 0,05 „ 0,1	0,01
„ 0,1 „ 0,3	0,03
„ 0,3 „ 0,5	0,05
„ 0,5 „ 1	0,06

Продолжение табл. 4

Содержание свинца, %	Допускаемое расхождение, %
Св. 1 до 2	0,12
„ 2 „ 3	0,13
„ 3 „ 5	0,18
„ 5 „ 10	0,25

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА (при содержании свинца от 5 до 30%)

Метод основан на предварительном отделении свинца в виде сульфата или двойной сернокислой соли калия-свинца и титровании трилоном Б в ацетатно-буферной среде (pH 5,5—5,8) в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

4.1. Реактивы и растворы

4.1.1. Для проведения анализа применяют:

кислоту азотную по ГОСТ 4461—67 и разбавленную 1 : 4;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—73;

кислоту серную по ГОСТ 4204—66, разбавленную 1 : 1 и 2 : 98;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75, разбавленную 1 : 1;

смесь кислот для растворения, содержащую 60 мл фтористоводородной кислоты на 800 мл соляной кислоты;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—68, раствор концентрации 200 г/л;

аммоний роданистый по ГОСТ 3768—64, раствор концентрации 250 г/л;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76;

триэтаноламин, разбавленный 1 : 10;

калий сернокислый по ГОСТ 4145—74;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—73;

гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298—65;

ксиленоловый оранжевый, индикатор, приготовленный следующим образом: 1 г индикатора растирают со 100 г азотнокислого калия;

буферный раствор, приготовленный следующим образом: к раствору уксуснокислого аммония приливают раствор уксусной кислоты до pH 5,5—5,8;

свинец не ниже марки СО по ГОСТ 3778—74;

стандартный раствор свинца, приготовленный следующим образом: 1 г свинца растворяют при нагревании в 50 мл разбавленной 1 : 4 азотной кислоты. Раствор охлаждают, переливают в мерную

колбу вместимостью 500 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора содержит 2 мг свинца;

соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73; 0,02 или 0,05 н. растворы, приготовленные следующим образом: 7,448 или 18,62 г трилона Б растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. Титр раствора устанавливают по свинцу. Для этого 25—50 мл стандартного раствора помещают в колбу вместимостью 250 мл, выпаривают до объема 5 мл, приливают 20 мл разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают до обильного выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, обмывают стенки колбы водой и проводят повторное выпаривание. Содержимое колбы охлаждают, приливают 50 мл воды и кипятят 10—15 мин. Раствор с осадком охлаждают в проточной воде и оставляют на 2 ч для полного осаждения сульфата свинца. Содержимое колбы фильтруют через плотный фильтр, содержащий фильтробумажную массу. Осадок промывают разбавленной 2 : 98 серной кислотой, затем 5—6 раз водой. Далее осадок количественно переносят в колбу, в которой производилось осаждение, и продолжают, как указано в п. 4.2.

Титр (T) раствора трилона Б по свинцу вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — содержание свинца в аликвотной части стандартного раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование свинца, мл.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. *Для концентратов при содержании барита до 2%*

Навеску концентрата массой 0,3—0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 мл, смачивают водой, приливают 30 мл смеси кислот для растворения и нагревают в течение 10—15 мин. К раствору приливают 10 мл азотной кислоты и выпаривают до объема 5 мл. Далее приливают 20 мл разбавленной 1 : 1 серной кислоты и раствор нагревают до выделения обильных паров серной кислоты. Если навеска пробы содержит органические примеси, во время дымления прибавляют по каплям азотную кислоту до осветления раствора. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки водой и снова нагревают до выделения обильных паров серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 50 мл воды и кипятят до растворения растворимых солей. Содержимое стакана охлаждают, оставляют на 2 ч и затем фильтруют через тампон из фильтробумажной массы, собирая фильтрат в колбу вместимостью 250 мл. Осадок промывают разбавленной 2 : 98 серной кислотой до исчезновения реакции на железо с роданистым аммонием, 5—6 раз водой и

переносят в стакан, в котором производилось осаждение. Воронку протирают кусочком фильтра и присоединяют к осадку. К осадку приливают 50 мл буферного раствора, 100 мл горячей воды и нагревают содержимое стакана в течение 30 мин при температуре, близкой к кипению. По истечении указанного времени раствор охлаждают в проточной воде, прибавляют 3 мл раствора триэтаноламина, 0,02—0,3 г индикатора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора из фиолетовой в желтую.

4.2.2. *Для концентратов при содержании барита свыше 2%*

Навеску концентрата массой 0,3—0,5 г помещают в колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 2 г сернокислого калия, приливают 30 мл соляной кислоты и нагревают содержимое колбы, добавляя перекись водорода по каплям. Раствор выпаривают досуха, не перекаливая остатка. Остаток охлаждают, приливают 5 мл соляной кислоты и вновь выпаривают до влажных солей. Приливают 100 мл горячей воды и кипятят 3—5 мин до полного осветления раствора. Если раствор окрашивается в желтый цвет или мутнеет из-за выделения гидрата окиси железа, прибавляют 3—5 г сернокислого гидроксиламина и нагревают до исчезновения желтой окраски и осветления раствора. Содержимое колбы охлаждают в проточной воде, оставляют на 2 ч для полного осаждения двойной сернокислой соли калия-свинца и фильтруют через тампон из фильтробумажной массы. Осадок промывают водой до исчезновения реакции на железо с роданистым аммонием. Осадок вместе с тампоном помещают в колбу, в которой производилось осаждение, воронку протирают кусочком фильтра и присоединяют его к тампону. Приливают 50 мл буферного раствора, воды до объема 100 мл и нагревают содержимое колбы в течение 30 мин при температуре, близкой к кипению. Далее раствор охлаждают в проточной воде, добавляют 0,02—0,03 г индикатора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора из фиолетовой в желтую. Если раствор малопрозрачен, его разбавляют водой до объема 200 мл, прибавляют 0,05 г индикатора и титруют раствором трилона Б, как указано выше.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Содержание свинца (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр 0,02 или 0,05 н. раствора трилона Б по свинцу, мл;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование свинца, мл;

m — масса навески, г.

4.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать значений величин, указанных в таблице.

Содержание свинца, %	Допускаемое расхождение, %
От 5 до 10	0,2
Св. 10 „ 15	0,25
„ 15 „ 20	0,3
„ 20 „ 25	0,35
„ 25 „ 30	0,4

Изменение № 1 ГОСТ 22221.6—76 Концентраты оловянные. Методы определения содержания свинца

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.12.82 № 4905 срок введения установлен

с 01.04.83

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22221.0—76 на СТ СЭВ 314—76.

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.2—1.4: «1.2. Требования безопасности — по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке.

1 3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с использованием государственных стандартных образцов (ГСО) состава оловянных концентратов: ГСО 1285—79, ГСО 1287—79, ГСО 1288—79, ГСО 1290—79, ГСО 1291—79.

Стандартные образцы анализируют одновременно с исследуемой пробой с тем же числом параллельных определений.

Отклонение среднего воспроизведенного значения содержания свинца в стандартном образце от аттестованного значения, обозначенного в свидетельстве на него, не должно превышать половины допускаемых расхождений, установленных стандартом.

(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.6—76)

1.4. Допускается применение других методов, не уступающих по точности указанным в стандарте.

При разногласиях в оценке качества химический состав оловянных концентратов должен определяться по методам, установленным стандартом».

Стандарт дополнить разделом — 1*а*:

«1а. Подготовка к анализу

1а.1. Подготовка к анализу — по ГОСТ 22221.1—76».

Пункт 2.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 4233—66 на ГОСТ 4233—77, ГОСТ 11293—65 на ГОСТ 11293—78.

Пункты 2.1.1, 3.1.1, 4.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78, ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 3778—74 на ГОСТ 3778—77.

Пункт 4.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 3117—68 на ГОСТ 3117—78, ГОСТ 4217—73 на ГОСТ 4217—77, ГОСТ 7298—65 на ГОСТ 7298—79;

девятый абзац. После слова «роданистый» исключить слова: «по ГОСТ 3768—64».

Изменение № 2 ГОСТ 22221.6—76 Концентраты оловянные. Методы определения содержания свинца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 2863

Дата введения 01.01.88

Наименование стандарта и по всему тексту заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1722.

Вводная часть. Второй абзац исключить.

По всему тексту стандарта заменить единицу и слова: л на $дм^3$, «стандартный раствор» на «раствор для построения градуировочного графика».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 314—76 на ГОСТ 27329—87.

Пункт 2 3.2 (кроме табл. 2) изложить в новой редакции: «2.3 2. Абсолютные

(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.6—76)

допускаемые расхождения результатов трех определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2».

Пункт 3.3.2 (кроме табл. 4) изложить в новой редакции: «3.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 4».

Пункт 4.1.1. Девятый абзац после слова «роданистый» исключить слова: «по ГОСТ 3768—64».

Пункты 4.1.1, 4.3 1. Заменить слова: «0,02 или 0,05 н. растворы» на «растворы концентрации 0,01 или 0,025 моль/$дм^3$».

Пункт 4.3.2 изложить в новой редакции (кроме табл. 5): «4.3.2. Абсолютные емые расхождения результатов трех определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 5».

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 11 1987 г.).