

УДК 622.341.1:546.76.06:006.354

Группа А39

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**

---

**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**

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 оксихинолята.

(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/дм<sup>3</sup>;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 6 н. раствор: в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> прибавляют 700 см<sup>3</sup> воды и 165 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>: 0,25 г дифенилкарбазида растворяют в 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, приливают 90 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг хрома;

раствор Б: 25 см<sup>3</sup> стандартного 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 содержит 0,005 мг хрома;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор 1 г/дм<sup>3</sup>; фильтры бумажные быстروفилтрующие, подготовленные следующим образом: фильтры смачивают раствором марганцовокислого калия концентрации 5 г/дм<sup>3</sup>, затем промывают водой до исчезновения розовой окраски;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>;

аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> 8-оксихинолин по ГОСТ 5847—76, раствор 25 г/дм<sup>3</sup>: 2,5 г 8-оксихинолина растворяют в 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, разбавленной 1:8, и доводят этим же раствором кислоты до 100 см<sup>3</sup>;

хлороформ медицинский;

метиловый оранжевый (пара-диметил-аминоазобензолсульфокислый натрий по ГОСТ 10816—64, индикатор, водный раствор 1 г/дм<sup>3</sup>).

**(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  $980 \pm 20$  °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  $700 \pm 20$  °С в течение 3 мин.

Таблица 1

Массовая доля хрома, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>	Масса хрома в аликвотной части раствора, мг
От 0,01 до 0,05	0,5	25	0,005—0,025
Св. 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 см<sup>3</sup> и выщелачивают плав в 20—30 см<sup>3</sup> горячей воды.

Тигель из стакана вынимают и обмывают водой. Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и дают отстояться. Аликвотную часть раствора (в соответствии с табл. 1) помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают до объема 20—30 см<sup>3</sup> воды, 1 каплю индикатора фенолфталеина и затем при перемешивании 6 н. раствор серной кислоты до обесцвечивания раствора и в избыток 0,5 см<sup>3</sup>. Раствор перемешивают, нагревают до кипения для удаления оставшегося углекислого газа.

Если при этом выпадает осадок двуокиси кремния, раствор фильтруют через быстросфилирующий фильтр, обработанный раствором марганцовокислого калия, и промывают водой. Конечный объем полученного раствора не должен превышать 70 см<sup>3</sup>. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 2 см<sup>3</sup> 6 н. раствора серной кислоты, перемешивают, приливают 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и нейтрализуют 6 н. раствором серной кислоты по метиловому оранжевому (рН 3,5—4), переносят раствор в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>, прибавляют 0,1 см<sup>3</sup> раствора 8-оксихинолина, 3 см<sup>3</sup> хлороформа и раствор интенсивно встряхивают 1 мин. Органический слой отделяют, добавляют снова 0,1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 6 н. раствора серной кислоты, нагревают до кипения, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и 10 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония. Раствор кипятят 15—20 мин, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают 1, 2, 3, 4, 5, 6 см<sup>3</sup> стандартного раствора хрома Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030 мг хрома, разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 3 см<sup>3</sup> 6 н. раствора серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> 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 надсерническим аммонием в присутствии катализатора азотнокислого серебра. Шестивалентный хром восстанавливают раствором двойной сернистой 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 пиросернистый по ГОСТ 7172—76;

натрий сернистый 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 надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 2,5 г/дм<sup>3</sup>;

марганец сернистый 5-водный по ГОСТ 435—77, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>;

калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75.

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

стандартные растворы хрома:

стандартный раствор хрома (VI): 28,2860 г двуххромовокислого калия, высушенного при 180—200 °С до постоянной массы, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 10 мг хрома (VI);

стандартный раствор хрома (III): 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора хрома (VI) отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> прибавляют 10 см<sup>3</sup> воды, 2—5 см<sup>3</sup> 5 н. серной кислоты, добавляют кристаллики сернистокислого натрия до исчезновения желтой окраски двуххромовокислого калия, затем осторожно кипятят для удаления сернистого газа. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки

водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 1 мг хрома (III);

соль закиси железа и аммония, двойную серноокислую (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор 12 г/дм<sup>3</sup>: 12 г соли Мора растворяют в 300 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:20. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, и перемешивают;

железо карбонильное (99,99 %), раствор 20 г/дм<sup>3</sup>: 20 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, раствор окисляют, добавляя по каплям азотную кислоту, и выпаривают до сиропообразного состояния. К сиропообразному раствору добавляют 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят водой до 200 см<sup>3</sup>.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,03 н. раствор: 1,06 г соли растворяют в 1000 см<sup>3</sup> 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 платинанасыщенный — 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 10—15 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

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

$V_1$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, см<sup>3</sup>.

Соотношение между растворами соли Мора и марганцовокислого калия устанавливают следующим образом: в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> приливают из бюретки 10 см<sup>3</sup> соли Мора, затем добавляют 100 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:20, 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование соли Мора, см<sup>3</sup>.

Титр раствора марганцовокислого калия можно устанавливать по щавелевокислему натрию.

Для установления титра раствора марганцовокислого калия навеску массой 0,05—0,08 г щавелевокислого натрия помещают в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 100 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:9, нагревают до 70—80 °С 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 щавелевокислого натрия, г;

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

$V_2$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

**(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<sup>3</sup> азотной кислоты, 10—15 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты (в зависимости от содержания кремния в пробе) и 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды при нагревании. Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтровальной массы. Фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, 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 пиросернокислого калия (в зависимости от величины осадка) и сплавляют при 750—800 °С до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают в 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> горячей воды в стакане вместимостью 400—600 см<sup>3</sup>. Тигель вынимают, ополаскивают водой. Раствор нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:1, и прибавляют еще 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра. Раствор нагревают до кипения, прибавляют 15—20 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония и кипятят до появления бледно-розовой окраски (3—5 мин). Если в процессе кипячения раствор не окрашивается, прибавляют 3—4 капли раствора сернокислого марганца и продолжают кипятить до появления розовой окраски. К горячему раствору прибавляют 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> в избыток. Избыток соли Мора титруют раствором марганцовокислого калия до появления бледно-розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 1 мин.

3.2.2. Допускается потенциометрическое 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, см<sup>3</sup>;

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

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

где  $W_r$  — 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: «б н раствор» на «раствор 3 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.2.1. Третий абзац. Заменить значение:  $980 \pm 20$  °С на  $950—1000$  °С; четвертый абзац. Заменить значение:  $700 \pm 20$  °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  $(640 \pm 20)$  °С в течение 2—4 мин»; таблицу 1 дополнить значением:

Массовая доля хрома, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>	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 см<sup>3</sup> и выщелачивают плав в 80—100 см<sup>3</sup> горячей воды. Тигель вынимают из стакана и обмывают водой. Раствор кипятят несколько минут для разрушения перекиси водо-

*(Продолжение см. с. 52)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 23581.5—79)*

рода, охлаждают и вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, доливают водой до объема 20—30 см<sup>3</sup>, 1 каплю индикатора фенолфталеина и затем при перемешивании раствор 3 моль/дм<sup>3</sup> серной кислоты до обесцвечивания раствора и в избыток 0,5 см<sup>3</sup>. Раствор перемешивают, нагревают до кипения для удаления оставшегося углекислого газа;

третий абзац. Заменить слова: «6 н. раствор» на «раствор 3 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.2.3а. Заменить значение и слова: 5:1 на 10:1; «6 н. раствор» на «раствор 3 моль/дм<sup>3</sup>».

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

шестой абзац. Заменить значение: 5 н. на 2,5 моль/дм<sup>3</sup>; дополнить абзацами (после двенадцатого): «кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1;

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

семнадцатый абзац. Заменить значение: 5 н. на «раствора 2,5 моль/дм<sup>3</sup>».

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 см<sup>3</sup>, 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.)