

**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 01.07.1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

ИФ
исх 2-87г

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 двуххромовокислого 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°C;

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;

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 двуххлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор А, 1000 г/дм³: 1000 г двуххлористого 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 двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75. Если двуххромовокислый калий имеет квалификацию «ч.д.а.», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двуххромовокислого 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°C, растирают в порошок и окончательно высушивают при температуре 180—200°C в течение 10—12 ч;

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

лия, высушенного при 180—200°C 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 двуххромовокислого 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 (С) раствора двуххромовокислого 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 двуххлористого 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 двуххромовокислого 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 (С) в граммах на кубический сантиметр рабочего раствора двуххромовокислого калия по железу (карбонильному) вычисляют по формуле

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

где m — масса навески карбонильного железа, г;

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

V_1 — объем раствора двуххромовокислого 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 двуххромовокислого калия, установленную по стандартным образцам, периодически контролируют по титрованному раствору двуххромовокислого калия (А и Б). Для этого раствор стандартного образца, проведенный через стадии анализа, титруют параллельно рабочим и титрованным раствором двуххромовокислого калия.

Массовую концентрацию (C_1) в граммах на кубический сантиметр рабочего раствора двуххромовокислого 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°C в течение 15—20 мин. При спекании навесок легкоплавких рудных материалов не следует поднимать температуру печи выше 780°C.

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 двуххромовокислого 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°C или в стеклоуглеродном тигле при 600—650°C. 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°C, приливают 1 см³ раствора фтористого аммония, затем по каплям прибавляют раствор хлористого олова В 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 ртути, 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 двуххромовокислого 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 двуххромовокислого калия по железу, г/см³;

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

V_1 — объем раствора двуххромовокислого 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

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

где W_r — 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

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/дм³ (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/см³, 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/дм³;
ртуть хлорную, раствор 20 г/дм³;
ртути окись желтую по ГОСТ 5230—74 или ртути окись красную, суспензию
20 г/дм³;
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/дм³; 0,2 г индикатора растворяют в 1 дм³ фос-
форной 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 перемешива-
ют. Раствор Б, 100 г/дм³; к 100 см³ раствора А приливают 150 см³ соляной кис-
лоты, разбавляют водой до 1 дм³, прибавляют 2—3 гранулы металлического оло-
ва и перемешивают. Раствор хранят в закрытой емкости;
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, нагревая
до кипения. Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфо-
ровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают чашку с раствором
холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на во-
ронке с пористой пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре 100—150 °С, расти-
рают в порошок и окончательно высушивают при температуре 180—200 °С в те-
чение 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 см³ и растворяют в 300 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вмес-
тимостью 1 дм³, 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 стадию 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 прокалывают 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)

по 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 трехвалентного 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 В 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 В (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 V₅.

Пункт 4.2. Таблица. Графа «Массовая доля железа (общего), %». Заменить значение: «50», «70» на «св, 50 до 72,5».