

**Изменение № 1 ГОСТ 23581.16—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения окиси кальция и окиси магния**

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

**с 01.05.87**

Под наименованием проставить код: ОКСТУ 0709.

Пункт 2.1.1. Третий абзац исключить;

дополнить абзацем (после второго):

«Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75»;

двадцать первый абзац. Исключить слова: «Чтобы сохранить раствор желатина в течение 1—2 мес, прибавляют 0,1 г хлорной ртути на каждые 100 см<sup>3</sup> раствора»;

двадцать второй абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10816—64».

Пункт 2.2.1.1. Второй абзац после слов «на дно опрокинутого фарфорового тигля» дополнить словами: «или толстый слой асбеста»;

заменить слова: «При спекании легкоплавких материалов не следует поднимать температуру печи выше 780 °С» на «Спекание легкоплавких материалов и пиритных руд проводят при температуре 650—680 °С».

Пункт 2.2.3. Четвертый абзац. Заменить слово: «отбирают» на «собирают».

Пункты 3.1, 3.1.1.1, 3.1.2, 3.1.2.1—3.1.2.4 изложить в новой редакции: «3.1. Метод без отделения мешающих компонентов (при определении магния содержание марганца в испытуемом материале не должно превышать 1 %).

Метод основан на титровании трилоном Б кальция при рН ~ 13 в присутствии индикатора кислотного хром темно-синего или смеси индикаторов флуорексона и тимолфталейна и магния при рН ~ 9—10 (после отделения его в виде гидроокиси) в присутствии кислотного хром темно-синего или тимолфталексона. Влияние железа, алюминия, титана, частично марганца и других элементов устраняют добавлением триэтанолamina, связывающего их в прочные комплексы.

*3.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы*

3.1.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 1000—1100 °С;

тигель платиновый по ГОСТ 6563—75;

фотоэлектротитриметр;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

*(Продолжение см. с. 40)*

- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;
- натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий нагревают постепенно до 350—400 °С и прокалывают при указанной температуре в течение 1,5 ч;
- смесь для сплавления: тщательно перемешивают 4 г измельченного безводного углекислого натрия с 1 г тетраборнокислого натрия. Смесь хранят в закрытой банке;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1, 1:5, 1:50;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;
- аммиак водный по ГОСТ 3760—79 перегнаный, не содержащий карбонатов;
- калия гидроксид по ГОСТ 24363—80 и раствор 200 г/дм<sup>3</sup>;
- натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77 и раствор 200 г/дм<sup>3</sup> (растворы гидроксидов калия и натрия хранят в полиэтиленовой посуде с плотно закрытой пробкой);
- триэтаноламин и разбавленный 1:4;
- промывную жидкость: 2 г гидроксида калия или гидроксида натрия и 5 см<sup>3</sup> триэтанолamina растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>;
- водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 10 %-ный раствор;
- железо карбонильное (99,99 %);
- кальций углекислый, ос. ч. или по ГОСТ 4530—76;
- стандартные растворы кальция:
  - раствор А: 1,7850 г углекислого кальция, высушенного при (105±5) °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 300—400 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, затем по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:1, и нагревают до полного растворения. Раствор кипятят в течение 3—4 мин, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А соответствует 1 мг окиси кальция. Массовую концентрацию стандартного раствора при необходимости проверяют гравиметрическим методом;
  - раствор Б: отбирают 100 см<sup>3</sup> стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,5 мг окиси кальция;
- магний первичный по ГОСТ 804—72 (99,96 %);
- магния окись по ГОСТ 4526—75;

(Продолжение см. с. 41)

стандартный раствор магния: 0,6031 г магния или 1,0000 г окиси магния растворяют в 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 1 мг окиси магния. Массовую концентрацию стандартного раствора, полученного из окиси магния, устанавливают гравиметрическим методом;

соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, растворы трилона Б с молярными концентрациями 0,00625, 0,0125 или 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 2,3; 4,6 или 9,3 г трилона Б помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Для определения массовой концентрации раствора трилона Б в стакан вместимостью 200—300 см<sup>3</sup> помещают навеску карбонильного железа массой 0,05 г, прибавляют стандартный раствор кальция А и стандартный раствор магния в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию окиси кальция и окиси магния в пробе и проводят через все стадии анализа в соответствии с п. 3.1.2.

Массовую концентрацию (С) раствора трилона Б по окиси кальция или окиси магния в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса окиси кальция или окиси магния, соответствующая аликвоте стандартного раствора кальция или магния, используемой для установки массовой концентрации раствора трилона Б, г;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование стандартного раствора кальция А или стандартного раствора магния, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

хромовый темно-синий (кислотный хром темно-синий), индикатор, применяют в смеси с хлористым натрием в весовом соотношении 1:100 или раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>: 1 г индикатора растворяют в 100 см<sup>3</sup> раствора триэтанолamina, разбавленного 1:4;

малахитовый зеленый, индикатор, 1 %-ный раствор;

тимолфталексон, индикатор, применяют в смеси с хлористым калием в весовом соотношении 1:100;

тимолфталейн, индикатор;

кальцеина динатриевую соль (флуорексон), индикатор;

смесь индикаторов: смешивают флуорексон, тимолфталейн и хлористый калий в весовом соотношении 1:1:100 и тщательно растирают в агатовой ступке.

### 3.1.2 Проведение анализа

3.1.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, смачивают водой, приливают 5—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, накрывают часовым стеклом, нагревают и кипятят в течение 1 мин, прибавляют 4—5 капель раствора фтористого аммония и продолжают нагревать до разложения навески. Затем добавляют 3—4 капли перекиси водорода и выпаривают раствор до начала кристаллизации солей.

3.1.2.2. В случае присутствия труднорастворимых соединений кальция разложение навески проводят сплавлением. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в платиновый тигель, в который предварительно внесено 2,5 г смеси для сплавления, перемешивают, закрывают тигель крышкой и сплавляют в муфельной печи при температуре 950—1000 °С в течение 3—5 мин с момента расплавления. После охлаждения тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 60 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 1:5, и нагревают при температуре 90 °С до полного растворения плава. Тигель и крышку извлекают из стакана, обмывают водой.

При наличии в пробе марганца (плав окрашен в зеленый цвет) во избежание порчи платинового тигля плав выщелачивают в 50—60 см<sup>3</sup> воды, извлекают

(Продолжение см с. 42)

тигель и обмывают его водой. К раствору добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1—2 капли перекиси водорода и нагревают до кипения.

Полученный раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор можно использовать для определения двуокси кремния по ГОСТ 23581.15—81 (п. 4) и окиси алюминия по ГОСТ 23581.17—81 (п. 2).

3.1.2.3. После растворения солей (п. 3.1.2.1) в 10—15 см<sup>3</sup> воды, раствор переводят в стакан или коническую колбу вместимостью 150—300 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> или аликвоту 100 см<sup>3</sup> (п. 3.1.2.2) помещают в такой же стакан или колбу. Прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора триэаноламина, разбавленного 1:4, перемешивают и выдерживают 1—2 мин. Добавляют 1—2 капли индикатора ма-лахитового зеленого, затем раствор гидроокиси калия или натрия до обесцвечивания окраски и в избыток 10 см<sup>3</sup> и снова выдерживают 1—2 мин. Затем титруют кальций и магний визуальным или с помощью фотоэлектротитриметра.

При фотоэлектрическом титровании стакан устанавливают в гнездо фотоэлектротитриметра и включают мешалку. К раствору добавляют 6—8 капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б с молярной концентрацией 0,00625, 0,0125 или 0,025 моль/дм<sup>3</sup> (в зависимости от массовой доли окиси кальция), как указано в инструкции к титриметру, применяя светофильтр с максимумом пропускания 610 нм.

При визуальном титровании к раствору прибавляют 6—8 капель индикатора кислотного хром темно-синего разбавляют водой до 130—150 см<sup>3</sup> и титруют до перехода розовой окраски в сине-фиолетовую или прибавляют 0,1 г смеси индикаторов и титруют до перехода окраски флуоресцирующего раствора из зеленовато-синей в фиолетовую с резким уменьшением флуоресценции. При титровании со смесью индикаторов для установления рН ~ 13 используют раствор гидроокиси калия.

При содержании в растворе более 15 мг окиси кальция перед прибавлением раствора гидроокиси калия или натрия быстро прибавляют из бюретки раствор трилона Б в количестве, заведомо меньшем необходимого (для предотвращения выпадения осадка гидроокиси кальция), и далее продолжают определение, как описано выше.

По окончании титрования окиси кальция к раствору прибавляют 1—2 капли стандартного раствора окиси кальция (раствор Б) для связывания избытка трилона Б

После отстаивания раствора в течение 3—5 мин осадок отфильтровывают на беззольный крупнопористый фильтр, содержащий фильтробумажную массу. После сливания всего раствора стакан или колбу два раза тщательно обмывают раствором промывной жидкости и 3—5 раз (в зависимости от величины осадка) промывают этой же жидкостью фильтр с осадком гидроокиси магния, выжидая каждый раз до полного стекания предыдущей порции промывного раствора.

Осадок на фильтре растворяют в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:50, собирая фильтрат в тот же стакан или колбу, где проводилось определение кальция.

Промывают фильтр несколько раз теплой водой. Доводят объем раствора до 100—150 см<sup>3</sup>, приливают 4 см<sup>3</sup> аммиака, помещают стакан с раствором в гнездо фотоэлектротитриметра и, добавляя при перемешивании 6—8 капель индикатора кислотного хром темно-синего, титруют раствором трилона Б, как указано в инструкции к титриметру, применяя светофильтр с максимумом пропускания 610 нм. При визуальном титровании к раствору прибавляют 6—8 капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют до перехода розовой окраски в синюю или прибавляют 0,1 г индикатора тимолфталексона и титруют до перехода ярко-голубой окраски в розовато-серую.

3.1.2.4. Для определения окиси кальция и окиси магния можно использовать раствор после выделения двуокси кремния гравиметрическим солянокислотным методом по ГОСТ 23581.15—81. Для этого фильтрат и промывные воды, полученные по ГОСТ 23581.15—81 (пп. 2.2.2 и 2.2.3), если необходимо, выпаривают и

переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвоту раствора 25—50 см<sup>3</sup> помещают в стакан, прибавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают раствор досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, выпаривают до начала кристаллизации солей и продолжают анализ, как указано в п. 3.1.2.2».

Пункт 3.2. Наименование и вводную часть изложить в новой редакции: «3.2. Метод с отделением мешающих компонентов

Метод основан на титровании кальция раствором трилона Б при рН ~ 13 в присутствии смеси индикаторов флуорексона и тимолфталейна и магния в сумме с кальцием при рН 9—10 в присутствии индикатора эрихром черного Т после отделения железа, хрома, алюминия осаждением в виде гидроокисей и устранение влияния марганца, меди, цинка и свинца диэтилдитиокарбаматом натрия или на титровании магния при рН ~ 10 в присутствии индикатора кислотного хром темно-синего после отделения железа, алюминия, кальция и марганца аммиаком в присутствии щавелевокислого и надсернокислого аммония».

Пункт 3.2.1.1 изложить в новой редакции: «3.2.1.1. При проведении анализа применяют:

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

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;  
калий хлористый по ГОСТ 4234—77;  
натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;  
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;  
аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75;  
аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, раствор 50 г/дм<sup>3</sup> и 20 г/дм<sup>3</sup>;  
калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332—76 и раствор 1 г/дм<sup>3</sup>;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79 и раствор 1 г/дм<sup>3</sup>;  
аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный, не содержащий карбонатов;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

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

смесь для спекания готовят по п. 2.1;

железо карбонильное (99,99 %);

желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>, готовят как описано в п. 2.1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:4, 1:50;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

уротропин (гексаметилентетрамин), растворы 250 г/дм<sup>3</sup> и 5 г/дм<sup>3</sup>;

натрия N, N'-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71 и растворы 20 г/дм<sup>3</sup> и 40 г/дм<sup>3</sup>;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>;

водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 10 %-ный раствор;

калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор 280 г/дм<sup>3</sup>;

хлоридно-аммиачный буферный раствор (рН ~ 10): 54 г хлористого аммония растворяют в 350 см<sup>3</sup> аммиака, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают;

триэтаноламин, разбавленный 1:4;

кальций углекислый, ос. ч. или по ГОСТ 4539—76;

стандартные растворы кальция, аналогичные стандартным растворам в п. 3.1.1;

магний первичный по ГОСТ 804—72 (99,96 %);

окись магния по ГОСТ 4526—75;

стандартный раствор магния, аналогичный стандартному раствору п. 3.1.1;

соль динатриевая этилендиамина-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, растворы с молярной концентрацией 0,00625;

(Продолжение см. с. 44)

0,0125; 0,02; 0,025 моль/дм<sup>3</sup> (2,3; 4,6; 7,4; 9,3 г/дм<sup>3</sup>) готовят в соответствии п. 3.1.1.

Для определения массовой концентрации раствора трилона Б в стакан вместимостью 200—300 см<sup>3</sup> помещают навеску карбонильного железа массой 0,5 г, прибавляют стандартный раствор кальция А и стандартный раствор магния в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию окисей кальция и магния в пробе, и проводят через все стадии анализа в соответствии с п. 3.2.2.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (С) по окиси кальция или окиси магния в г/см<sup>3</sup> вычисляют по п. 3.1.1;

хлороформ по ГОСТ 20015—74;

гексаметоксикрасный, индикатор, 0,1 %-ный раствор в 70 %-ном этиловом спирте;

хромовый темно-синий (кислотный хром темно-синий), применяют в смеси с хлористым натрием в соотношении 1:100 или раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>: 1 г индикатора растворяют в 100 см<sup>3</sup> триэтанолamina, разбавленного 1:4;

кальценна динатриевую соль (флуорексон), индикатор;

тимолфталейн, индикатор,

смесь индикаторов: смешивают флуорексон, тимолфталейн и хлористый калий в соотношении 1:1:100 и тщательно растирают в агатовой ступке;

эрихром черный Т, индикатор; применяют в смеси с хлористым натрием или хлористым калием в соотношении 1:100;

малахитовый зеленый, индикатор, 1 %-ный раствор;

бумага индикаторная Конго;

бумага индикаторная универсальная».

Пункт 3.2.2.3. Наименование. Заменить значение: «от 1 до 30 %» на «от 0,3 до 30 %».

Пункты 3.2.2.4, 3.2.2.6 изложить в новой редакции: «3.2.2.4. Для определения окиси кальция к одному из растворов, полученных по пп. 3.2.2.2 или 3.2.2.3 добавляют воды до объема 50 см<sup>3</sup>, к раствору прибавляют 1—2 капли индикатора малахитового зеленого, затем раствор гидроокиси калия до обесцвечивания окраски и в избыток 10—15 см<sup>3</sup> (рН ~ 13). К раствору прибавляют 0,1 г смешанного индикатора и титруют раствором трилона Б (4,6 г/дм<sup>3</sup>), если сумма окиси кальция и окиси магния в пробе не превышает 10 %, или раствором трилона Б (7,4 г/дм<sup>3</sup>) до изменения окраски флуоресцирующего раствора из зеленовато-синей в фиолетовую с резким уменьшением флуоресценции. Раствор можно подсвечивать снизу.

3.2.2.6. Отделение мешающих элементов аммиаком в присутствии щавелевокислого и надсернокислого аммония (при массовой доле окиси магния от 0,3 до 30 %).

Навеску массой 0,25 г растворяют в 10—15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, как указано в п. 3.1.2.1, и выпаривают до начала кристаллизации солей. Соли растворяют в воде, переводят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 50 см<sup>3</sup> горячей воды и 15 см<sup>3</sup> раствора щавелевокислого аммония (50 г/дм<sup>3</sup>). Затем прибавляют по каплям аммиак до розовой окраски бумаги Конго и в избыток еще 20 капель. Кипятят раствор 2 мин, к горячему раствору прибавляют 0,5 г надсернокислого аммония, 5 см<sup>3</sup> аммиака и снова кипятят в течение 5—7 мин. Раствор охлаждают, переводят с осадком в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через 2 фильтра средней плотности в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

К аликвоте полученного раствора 100 или 200 см<sup>3</sup> прибавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора, 2,5 см<sup>3</sup> аммиака, 0,1 г или 6—8 капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют магнием раствором трилона Б подходящей концентрации на фотоэлектротитриметре или визуально, как указано в п. 3.1.2.2.

При определении низких содержаний окиси магния раствор с осадком фильтруют через 2 фильтра средней плотности, промывают 3—4 раза раствором щаве-

(Продолжение см. с. 45)

азоокислого аммония (20 г/дм<sup>3</sup>). К фильтрату прибавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора и продолжают определение, как указано выше».

Пункт 3.2.2.7 после слов «контрольного опыта» дополнить ссылкой: (п. 3.2.2.2 и п. 3.2.2.3).

Пункт 3.2.3.3. Исключить слова: «окиси кальция и».

Раздел 4. Вводная часть. Первый абзац после слов «на измерении» дополнить словом: «атомного»; исключить слова: «излучения ламп с полым катодом атомами».

Пункт 4.2.1. Первый абзац. Заменить нумерацию пункта: 4.2.1 на 4.1.1;

дополнить абзацем (после двенадцатого): «водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 10%-ный раствор»;

пятнадцатый абзац. Заменить слова и значение: «50 см<sup>3</sup> соляной кислоты» на «100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1», 20 см<sup>3</sup> на 540 см<sup>3</sup>;

шестнадцатый абзац. Заменить слова и значение: «50 см<sup>3</sup> соляной кислоты» на «100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1», 430 см<sup>3</sup> на 600 см<sup>3</sup>;

девятнадцатый абзац после слов «стандартного раствора» дополнить словами: «при необходимости».

Пункт 4.2.1.2. Первый абзац. Заменить значение: 40 см<sup>3</sup> на 20 см<sup>3</sup>.

Пункт 4.2.2.1. Заменить слова: «в 50 см<sup>3</sup> воды с добавлением 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты» на «в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1»;

дополнить абзацем: «При наличии в пробе марганца (плав окрашен в зеленый цвет) во избежание порчи платинового тигля плав выщелачивают в 50—60 см<sup>3</sup> воды, извлекают тигель и обмывают его водой. К раствору добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1—2 капли перекиси водорода и нагревают до кипения для разрушения избытка перекиси водорода и продолжают как указано выше».

Пункт 4.2.3.1 после слов «раствора лантана» дополнить словами: «соответствующее количество фонового раствора (табл. 4)»; таблицу 4 изложить в новой редакции:

Таблица 4

Наименование элемента	Массовая доля окиси элемента в пробе, %	Разбавление, см <sup>3</sup>	Аликвота, см <sup>3</sup>	Масса окиси элемента в фотометрируемом растворе, мг	Объем фонового раствора, см <sup>3</sup>
Кальций	От 0,015 до 0,1	100	50	0,0375—0,25	—
	Св. 0,1 до 0,7	100	25	0,125—0,875	6
	» 0,7 » 3,5	200	10	0,175—0,875	11
	» 3,5 » 7	200	5	0,437—0,875	12
	» 7 » 20	200 (500)	2 (5)	0,35—1	12,5
Магний	От 0,015 до 0,05	100	50	0,0375—0,125	—
	Св. 0,05 до 0,1	100	25	0,0625—0,125	6
	» 0,1 » 0,8	200	10	0,025—0,2	11
	» 0,8 » 1,5	200	5	0,1—0,188	12
	» 1,5 » 3,3	200 (500)	2 (5)	0,075—0,165	12,5
	» 3,3 » 10	500	2	0,066—0,2	12,5

Пункт 4.2.4. Первый абзац после слов «раствор окиси магния» дополнить словами: «в количестве, указанном выше»;

и заменить слова: «фоновый раствор (в зависимости от способа разложения пробы), соляную кислоту, разбавленную 1:1, в количестве, отвечающем массовой доле железа и соляной кислоты в анализируемом растворе» на «12,5 см<sup>3</sup> соответствующего фонового раствора».

(Продолжение см. с. 46)

Пункт 4.2 дополнить пунктом — 4.2.5: «4.2.5. Допускается проведение определения по методу сравнения. Для приготовления раствора сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают стандартные растворы окиси кальция и окиси магния (Б) в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию окиси кальция (окиси магния). Затем приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора лантана, по 12,5 см<sup>3</sup> соответствующего фонового раствора, доводят водой до метки и перемешивают».

Пункт 4.3.1 после слов «в процентах» дополнить словами: «при использовании градуировочного графика»

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3.1а (после п. 4.3.1):

«4.3.1а Массовую долю окиси кальция (окиси магния) ( $X_5$ ) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot A \cdot 100}{m \cdot A_1 \cdot 1000} \cdot K,$$

где  $m_1$  — масса окиси кальция (окиси магния) в растворе сравнения, мг;

$A$  — значение абсорбции анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

$A_1$  — значение абсорбции раствора сравнения за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

$K$  — коэффициент пересчета массовой доли окиси кальция (окиси магния) на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по п. 2.3.1».

(ИУС № 2 1987 г.)