

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения марганца

Alloy cast iron
Methods for determination of manganese

ГОСТ
2604.5—84

Взамен
ГОСТ 2604.5—77

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 января 1984 г. № 357 срок действия установлен

с 01.01.85

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения марганца (при массовой доле от 0,10 до 2,0 %), титриметрический метод (при массовой доле от 0,30 до 5,0 %), потенциометрический метод (при массовой доле от 2,0 до 25,0 %) и атомно-абсорбционный метод (при массовой доле от 0,10 до 5,0 %) в легированном чугуне.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2604.0—77.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции окисления двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием в серноокислой или азотнокислой среде.

Влияние железа устраняют прибавлением фосфорной кислоты.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1, 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Март 1986 г.



Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь серной и ортофосфорной кислот: к 750 см³ воды осторожно при непрерывном перемешивании приливают 150 см³ серной кислоты, охлаждают, приливают 100 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают и охлаждают.

Калий йоднокислый, раствор 50 г/см³: 50 г йоднокислого калия растворяют в 800 см³ азотной кислоты (1:1), раствор охлаждают, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30 %.

Железо карбонильное особо чистое.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 100 г/дм³.

Стандартные растворы марганца сернокислого.

Стандартный раствор А с массовой концентрацией 0,0002 г/см³: 0,5754 г марганцовокислого калия перекристаллизованного и высушенного на воздухе помещают в стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 20 см³ серной кислоты (1:4) и осторожно, по каплям, при перемешивании добавляют перекись водорода или соляную кислоту до обесцвечивания раствора. Раствор выпаривают до начала кристаллизации. Остаток растворяют в 20—30 см³ воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор Б с массовой концентрацией 0,0001 г/см³: 100 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Вода, не содержащая восстановителей: в колбу вместимостью 2 дм³ наливают 1 дм³ воды, добавляют по каплям серную кислоту до рН 3 по универсальной индикаторной бумаге, нагревают до кипения, прибавляют несколько кристаллов йоднокислого калия, кипятят 5—7 мин и охлаждают.

Вода, не содержащая восстановителей, применяется для разбавления окисленных растворов, приготовленных для фотометрирования.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Новеску чугуна в зависимости от массовой доли марганца (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ смеси серной и ортофосфорной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают 5—10 мин.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Масса навески чугуна, г	Аликвотная часть, см ³ (при разбавлении 250 см ³)
От 0,10 до 0,50	1	50
Св. 0,50 » 2,0	0,5	25

Затем осторожно приливают 10 см³ азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески.

Нерастворимые в этих условиях чугуны растворяют в соляной кислоте или в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты. Затем к раствору приливают 30 см³ смеси серной и ортофосфорной кислот, выпаривают его до появления паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают раствор до появления паров серной кислоты.

Содержимое стакана охлаждают, растворяют соли в 50—60 см³ воды и отфильтровывают осадок кремневой кислоты и графита на фильтр «белая лента», собирая фильтрат и промывную жидкость в мерную колбу вместимостью 250 см³. Стакан и осадок на фильтрате промывают 3—5 раз азотной кислотой (1:100). Фильтр с осадком отбрасывают. Содержимое колбы охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть (см. табл. 1) раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают воду приблизительно до 50 см³, 25 см³ смеси серной и ортофосфорной кислот и 10 см³ раствора йоднокислого калия.

2.3.2. Содержимое колбы нагревают до кипения, кипятят 1 мин и выдерживают при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 40—50 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой, не содержащей восстановителей, до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 545 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн 530—550 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения используют полученный раствор, добавив к нему несколько капель раствора азотистокислого натрия для восстановления марганцовой кислоты (до исчезновения розовой окраски).

Для внесения поправки в результаты анализа на содержание марганца в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт, оптическую плотность раствора которого измеряют относительно своего раствора сравнения, который получают аналогично выше приведенному.

По найденному значению оптической плотности исследуемого раствора с учетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят количество марганца в миллиграммах по градуировочному графику.

2.3.3. Построение градуировочного графика

2 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ смеси серной и ортофосфорной кислот и нагревают до растворения железа. Раствор окисляют, прибавляя по каплям азотную кислоту, кипятят до удаления окислов

азота и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

По 10 см³ полученного раствора помещают в восемь конических колб вместимостью 250 см³, в семь колб добавляют последовательно 1; 2; 4; 6; 8; 10 и 12 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0, 1,2 мг марганца. В восьмой колбе проводят контрольный опыт на содержание марганца в реактивах.

Раствор в каждой колбе разбавляют водой до 50 см³, прибавляют по 25 см³ смеси серной и ортофосфорной кислот и по 10 см³ раствора йоднокислого калия. Далее анализ проводят по п. 2.3.2.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им значениям концентраций марганца строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю марганца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески чугуна, соответствующая колориметрируемой аликвотной части раствора, мг;

m_1 — масса марганца, найденная по градуировочному графику, мг.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать указанных в табл. 2.

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ДЛЯ ЧУГУНА С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ КОБАЛЬТА ДО 1,0 %

3.1. Определение марганца в чугунах, содержащих до 1,0 % хрома

3.1.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца в кислот среде до семивалентного надсерноокислым аммонием в присутствии катализатора азотнокислого серебра. Полученную марганцовую кислоту оттитровывают раствором арсенит-нитрита натрия.

3.1.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь кислот: к 550 см³ воды осторожно, при непрерывном перемешивании, приливают 90 см³ серной кислоты, охлаждают, приливают 100 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают и приливают 260 см³ азотной кислоты.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой долей 0,5 %.

Бумага индикаторная, универсальная.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой долей 20,0 %.

Мышьяковистый ангидрид по ГОСТ 1973—77.

Натрий мышьяковистоокислый орто (арсенит натрия).

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 15,0 %.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74.

Натрия арсенит-нитрит, стандартный раствор: 1,5 г мышьяковистого ангидрида помещают в стакан вместимостью 400—600 см³, содержащий 25 см³ горячего раствора гидроокиси натрия, растворяют при умеренном нагревании, разбавляют водой до 120—130 см³, охлаждают. Затем к раствору приливают серную кислоту (1:4) до рН 7 по универсальному индикатору и 2—3 см³ в избыток. Добавляют двууглекислый натрий до рН 7 по универсальной индикаторной бумаге.

В полученном растворе растворяют 0,85 г азотистокислого натрия, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Допускается приготовление стандартного раствора из арсенита натрия: 2,91 г арсенита натрия помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 120—150 см³ воды и перемешивают до полного растворения соли.

Далее подготовку раствора проводят так же, как из мышьяковистого ангидрида. При содержании в соли кристаллизационной воды ее учитывают при вычислении навески, необходимой для приготовления стандартного раствора.

Массовую концентрацию раствора арсенит-нитрита натрия устанавливают по стандартному образцу чугуна, близкому по составу и содержанию марганца к анализируемому образцу, проведя анализ через все стадии анализа, как указано в п. 3.1.3.

Массовую концентрацию арсенит-нитрита натрия (T), выраженную в граммах марганца, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески стандартного образца, г;

C_m — массовая доля марганца в стандартном образце, %;

V — объем раствора арсенит-нитрита натрия, израсходованный на титрование, см³.

3.1.3. Проведение анализа

Навеску чугуна массой 0,5 г (при массовой доле марганца от 0,30 до 0,8 %) или массой 0,25 г (при массовой доле марганца от 0,8 до 5,0 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30—40 см³ смеси кислот и растворяют при нагревании. Раствор кипятят до удаления окислов азота.

Нерастворимый остаток, содержащий кремневую кислоту и графит, отфильтровывают на фильтр средней плотности «белая лента» и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 250 см³.

Раствор разбавляют водой до 150 см³, прибавляют 10 см³ азотнокислого серебра, 20 см³ раствора надсернического аммония, нагревают до кипения и кипятят 1 мин, выдерживают на тепловой плите до прекращения выделения пузырьков кислорода.

Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и быстро титруют раствором арсенит-нитрита натрия до исчезновения малиновой окраски.

3.1.4. Обработка результатов

3.1.4.1. Массовую долю марганца (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — количество раствора арсенит-нитрита натрия, израсходованное на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора арсенит-нитрита натрия, выраженная в граммах марганца;

m — масса навески чугуна, г.

3.1.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать указанных в табл. 2.

3.2. Определение марганца в чугунах, содержащих свыше 1,0 % хрома

3.2.1. Сущность метода

Сущность метода по п. 3.1.1 с дополнением: мешающие определению марганца элементы осаждают окисью цинка.

3.2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Окись цинка по ГОСТ 10262—73, суспензия в воде: 50 г окиси цинка, не содержащей марганца, карбоната и восстановителей,

помещают в фарфоровую ступку, приливают горячей воды и тщательно растирают пестиком, затем добавляют 250—300 см³ горячей воды и перемешивают.

Окись цинка, содержащую карбонаты и восстановители, предварительно прокалывают при 800 °С.

Остальные реактивы и растворы по п. 3.1.2.

3.2.3. Проведение анализа

Навеску чугуна массой 1 г (при массовой доле марганца от 0,30 до 0,8 %) или массой 0,5 г (при массовой доле марганца от 0,8 до 5,0 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40—50 см³ серной кислоты (1:4) и нагревают до растворения. Прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и 2—3 см³ в избыток. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают. Стенки колбы обмывают водой и растворяют соли при нагревании.

Если чугун трудно растворяется в серной и азотной кислотах, навеску растворяют в 30 см³ смеси соляной и азотной кислот в отношении 3:1 при нагревании. Приливают 10 см³ серной кислоты, выпаривают раствор до появления паров серной кислоты и охлаждают. Стенки стакана обмывают водой, раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают, прибавляют около 50 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

Раствор, полученный любым из этих способов, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и прибавляют раствор аммиака до появления красно-бурой окраски. В случае появления осадка гидроокисей добавляют по каплям серную кислоту (1:4) до растворения осадка.

К осадку прибавляют небольшими порциями суспензию окиси цинка до полной коагуляции осадка гидроокисей (на дне колбы должен быть небольшой белый осадок).

Содержимое колбы охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают и дают осадку отстояться.

Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см³, сполоснув ее первыми порциями фильтрата. Наполнив колбу до метки, раствор переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 40 см³ смеси кислот и заканчивают определение по п. 3.1.3.

3.2.4. Обработка результатов — по п. 3.1.4.

4. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ДЛЯ ЧУГУНА С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ ВАНАДИЯ ДО 0,10 %

4.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до трехвалентного марганцовокислым калием в нейтральной среде.

Железо, хром и другие элементы, мешающие определению марганца, связывают в пирофосфатные комплексы.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для потенциометрического титрования с парой электродов: платина — насыщенный каломельный; платина — вольфрамовый или платина-платиновый.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:20.

Натрий фосфорнокислый пиро по ГОСТ 342—77, раствор 120 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, раствор 50 г/дм³.

Бумага индикаторная, универсальная.

Натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839—77, перекристаллизованный и высушенный при 105—110 °С до постоянной массы.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, стандартный раствор с молярной концентрацией эквивалента, равной 0,05 моль/дм³: 1,58 г перекристаллизованного и высушенного при 120 °С марганцовокислого калия растворяют в 1 дм³ воды. Раствор оставляют стоять на 6 сут в закрытой склянке, затем его сифонируют в склянку из темного стекла.

Массовую концентрацию стандартного раствора марганцовокислого калия устанавливают по щавелевокислomu натрию.

В коническую колбу вместимостью 500 см³ помещают 200 см³ серной кислоты (1:20), нагревают до 70—75 °С и прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски.

К содержимому колбы прибавляют 0,1 г щавелевокислого натрия и после растворения навески титруют при перемешивании раствором марганцовокислого калия до устойчивой в течение 1 мин розовой окраски. К концу титрования температура раствора должна быть не ниже 60 °С.

Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия (T), выраженную в граммах марганца, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,656 \cdot m}{V},$$

где 0,656 — коэффициент пересчета массовой концентрации раствора марганцовокислого калия, установленного по щавелевокислomu натрию, на массовую концентрацию, выраженную в граммах марганца;

m — масса навески щавелевокислого натрия, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³.

4.3. Проведение анализа

Навеску чугуна массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при слабом нагревании в 40—50 см³ соляной кислоты (1:1), прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания. Раствор кипятят для удаления окислов азота. После этого раствор выпаривают до 5—8 см³, прибавляют 50 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

Нерастворимый остаток, содержащий кремневую кислоту и графит, отфильтровывают через фильтр средней плотности «белая лента», промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 250 см³.

Фильтрат охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть испытуемого раствора 50 см³ помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 5 см³ раствора мочевины, 100 см³ раствора пиррофосфорнокислого натрия и устанавливают рН среды около 7 по универсальной индикаторной бумаге, прибавляя, если необходимо, по каплям соляную кислоту (1:1) или раствор аммиака (1:1).

Подготовленный таким образом раствор титруют раствором марганцовокислого калия на потенциометрической установке до скачка потенциала.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю марганца (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора марганцовокислого калия, выраженная в граммах марганца;

m — масса навески чугуна, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать указанных в табл. 2.

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1. Атомно-абсорбционный метод определения марганца — по ГОСТ 12348—78 с дополнениями:

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,30	0,02
Св. 0,30 » 0,8	0,03
» 0,8 » 2,0	0,05
» 2,0 » 5,0	0,08
» 5,0 » 10,0	0,15
» 10,0 » 25,0	0,3

Изменение № 1 ГОСТ 2604.5—84 Чугун легированный. Методы определения марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.04.89 № 1159

Дата введения 01.01.90

По всему тексту стандарта заменить слово: «кремневой» на «кремниевой» (пп. 2.3.1, 3.1.3).

Вводная часть. Заменить значение: 0,30 на 0,20; дополнить абзацем: «Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 629—82 в части фотометрического метода».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности 0,95) не должна превышать Δ , приведенного в табл. 2, при выполнении следующих условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения $d_2(d_3)$, приведенного в табл. 2;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности 0,85) значение δ , приведенное в табл. 2.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли марганца. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненного в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости), не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_k , приведенного в табл. 2».

Пункт 2.1. Первый абзац дополнить словами: «и измерении оптической плотности окрашенного комплекса при длине волны 545 нм».

Пункт 2.2. Шестой абзац. Исключить слова: «серной и ортофосфорной»;

седьмой абзац. Заменить значения: 50 г/см³ на 50 г/дм³;

девятый абзац. Заменить слова: «раствор с массовой долей 30 %» на «раствор 0,3 г/см³»;

десятый абзац. Заменить слова: «особо чистое» на «ос. ч.»;

одиннадцатый абзац. Заменить значение: 100 г/дм³ на 1 г/см³;

исключить слова: «Стандартный» перед словами: «раствор А» и «раствор Б»; заменить слова: «марганцевоокислый» на «марганцовокислый», «Остаток растворяют» на «Соли растворяют при нагревании».

Пункт 2.3.1. Таблица 1. Головку после слова «часть» дополнить словом: «раствора»; исключить слова: «(при разбавлении 250 см³)»;

четвертый абзац после слов «растворяют соли» дополнить словами: «при нагревании»; заменить слово: «фильтрате» на «фильтре».

Пункт 2.3.3. Первый абзац. Заменить слова: «2 г карбонильного железа» на «Навеску карбонильного железа массой 2 г»; «и нагревают до растворения железа» на «и растворяют при нагревании».

Пункт 2.4.1. Экспликация. Заменить слово: «Колориметрируемой» на «Фотометрируемой».

Пункт 3.1.2. Заменить слова: «раствор с массовой долей 0,5 %» на «раствор 0,005 г/см³ (2 раза)»; «раствор с массовой долей 20,0 %» на «раствор 0,2 г/см³»; «раствор с массовой долей 15,0 %» на «раствор 0,15 г/см³»;

последний, предпоследний абзацы изложить в новой редакции: «Массовую концентрацию раствора арсенит-нитрита натрия устанавливают по стандартным образцам чугуна с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего стандарта и вычисляют по формуле».

Пункт 3.1.3. Первый абзац. Заменить значение: 0,30 на 0,20;

(Продолжение см. с. 50)

третий абзац. Заменить значение: 150 см^3 на 100 см^3 ; после значения 10 см^3 дополнить словом: «раствора».

Пункт 3.1.4.1. Экспликация. Заменить слова: «количество» на «объем», «израсходованное» на «израсходованный», «выраженная в граммах марганца» на «по марганцу, г/см³».

Пункт 3.2.2. Третий абзац. Заменить слово: «карбоната» на «карбонатов»; исключить слова: «приливают горячей воды»;

после слова «пестиком» дополнить словами: «с горячей водой».

Пункт 3.2.3. Первый абзац. Заменить значение и слова: 0,30 на 0,20; «и нагревают до растворения» на «и растворяют при нагревании»; после слов «Стенки колбы обмывают водой» дополнить словами: «прибавляют около 50 см^3 воды»;

второй абзац. Заменить слова: «трудно растворяется в серной и азотной кислотах» на «не растворяется в смеси серной и азотной кислот»; перед словами: «Приливают 10 см^3 серной кислоты» дополнить словом: «Охлаждают»;

после слов «до появления паров серной кислоты и» дополнить словом: «снова»;

четвертый абзац. Заменить слова: «К осадку» на «К раствору», «белый осадок» на «избыток суспензии окиси цинка»;

шестой абзац. Заменить слова: «в мерную колбу» на «в сухую мерную колбу», «сполоснув ее первыми порциями фильтрата» на «отбрасывая первые порции фильтрата».

Пункт 4.3. Первый абзац. После слов «Раствор кипятят» заменить слово: «для» на «до»; исключить слова: «После этого раствор».

Пункт 4.4.1. Экспликация. Заменить слова: «выраженная в граммах марганца» на «по марганцу, г/см³».

Пункт 5.2. Таблицу 2 изложить в новой редакции:

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %				
	Δ	d_K	d_2	d_3	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,012	0,015	0,012	0,015	0,008
Св. 0,2 » 0,5 »	0,019	0,024	0,019	0,024	0,012
» 0,5 » 1,0 »	0,026	0,033	0,028	0,034	0,017
» 1,0 » 2,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02
» 2,0 » 5,0 »	0,06	0,08	0,06	0,08	0,04
» 5,0 » 10 »	0,08	0,11	0,09	0,11	0,06
» 10 » 25 »	0,15	0,19	0,15	0,19	0,10

(ИУС № 7 1989 г.)