

## СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

## Методы определения меди

Carbon steel and unalloyed cast iron.

Methods for determination of copper

ГОСТ

22536.8-87

ОКСТУ 0809

с 01.01.88

Срок действия до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический (при массовой доле меди 0,01—0,10 %), фотометрический (при массовой доле меди 0,10—0,50 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле меди 0,01—0,50 %) методы определения меди в углеродистой стали и нелегированном чугуне.

Метод определения меди в виде аммиачного комплекса приведен в рекомендуемом приложении.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22536.0—87.

## 2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в аммиачном растворе окрашенного в желтый цвет комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия, экстрагировании его хлороформом или четыреххлористым углеродом и измерении светопоглощения полученного экстракта при длине волн 436 нм.

## 2.2. Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77.



Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—78 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78, разбавленная 1:1 и 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74 или четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288—74.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71, свежеприготовленные растворы с массовой концентрацией 1 и 5 г/дм<sup>3</sup>.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ГОСТ 3653—78, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 250 см<sup>3</sup> раствора помещают в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют аммиак до pH 9 по универсальному индикатору, 25 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup> хлороформа и энергично встряхивают в течение 2 мин. Водному и хлороформному слоям дают отстояться, хлороформный слой отбрасывают.

Индикатор универсальный, бумага.

Медь металлическая по ГОСТ 546—79, ос.ч.

Медь сернокислая, стандартные растворы.

Раствор А: 1 г металлической меди растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения навески прибавляют 30 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана смывают водой, приливают 70—80 см<sup>3</sup> воды и растворяют соли при нагревании. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г меди.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску стали или чугуна массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 30 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, при умеренном нагревании, накрыв стакан часовым стеклом. После растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора, кипятят до полного его осветления, затем выпаривают до появления паров серной кислоты и охлаждают. Соли растворяют в 50—60 см<sup>3</sup> воды при нагревании, обмывая часовое стекло и стенки стакана, пе-

renoсят охлажденный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликовотную часть, равную 10 см<sup>3</sup>, помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого аммония, 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, перемешивают и добавляют аммиак до pH 9 по универсальной индикаторной бумаге.

Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, обмывая стенки стакана водой, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>, перемешивают и прибавляют 10 см<sup>3</sup> хлороформа (или четыреххлористого углерода). Раствор в делительной воронке энергично встряхивают в течение 2 мин. Водному и хлороформному слоям дают отстояться и после разделения сливают нижний хлороформный слой в сухую мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, фильтруя через вату. К оставшемуся в делительной воронке водному раствору добавляют 5 см<sup>3</sup> хлороформа и повторяют экстрагирование, сливая хлороформный слой в ту же колбу. Объем раствора в колбе доливают хлороформом (или четыреххлористым углеродом) до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют сразу после экстрагирования на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале 400—450 нм, или спектрофотометре при длине волны 436 нм. В качестве раствора сравнения применяют хлороформ. Толщину поглощающего слоя кюветы выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Из значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу меди находят по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом.

### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В семь стаканов вместимостью по 250 см<sup>3</sup> помещают по 0,5 г карбонильного железа. В шесть из них приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г меди. Седьмой стакан служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы приливают по 30 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы меди строят градуировочный график.

Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля меди.

#### 2.4. Обработка результатов

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

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

где  $m_1$  — масса меди в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля меди, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |                                    |
|-----------------------|---------------------------------------|------------------------------------|
|                       | при трех параллельных определениях    | при двух параллельных определениях |
| От 0,01 до 0,02       | 0,005                                 | 0,004                              |
| Св 0,02 » 0,05        | 0,008                                 | 0,007                              |
| » 0,05 » 0,10         | 0,010                                 | 0,008                              |
| » 0,10 » 0,25         | 0,020                                 | 0,017                              |
| » 0,25 » 0,50         | 0,030                                 | 0,025                              |

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в аммиачной среде (рН 8,5—9,0) и измерении светопоглощения полученного комплекса при длине волны 453 нм.

#### 3.2. Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы — по п. 2.2 с дополнениями:

кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—78, разбавленная 1:3;

натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342—77, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>: 0,5 г желатина заливают 100 см<sup>3</sup> воды и оставляют на 2 ч. Затем раствор нагревают при помешивании до полного растворения навески;

спирт поливиниловый по нормативно-технической документации, водный раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>.

#### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску стали или чугуна массой 0,25 г помещают в

стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:3, и растворяют при нагревании. После растворения приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и раствор выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, приливают 10 см<sup>3</sup> воды и нагревают до полного растворения солей. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. При анализе чугунов или в случае выпадения в осадок кремневой кислоты раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

В две мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают аликовые части раствора по 10 см<sup>3</sup>, приливают в каждую колбу 20 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> раствора пирофосфорнокислого натрия, 10 см<sup>3</sup> аммиака. Растворы перемешивают, охлаждают, затем приливают по 10 см<sup>3</sup> желатина или поливинилового спирта и в одну колбу 10 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>. Растворы доливают до метки водой и перемешивают. Если сталь или чугун содержат никель в количестве 0,3—0,5 %, перед добавлением раствора диэтилдитиокарбамата натрия в каждую мерную колбу приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б.

Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале 400—480 нм или на спектрофотометре при длине волны 453 нм. В качестве раствора сравнения применяют раствор, приготовленный без добавления диэтилдитиокарбамата натрия. Толщину поглощающего слоя кюветы выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Из значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу меди находят по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом.

### 3.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 0,25 г карбонильного железа, в пять из них приливают стандартный раствор Б в количестве 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 см<sup>3</sup>, что соответствует 0,00025; 0,00050; 0,00075; 0,00100; 0,00125 г меди. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы приливают по 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:3, и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы меди строят градуировочный гра-

фик. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля меди.

#### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю меди ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса меди в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в таблице.

### 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

#### 4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами меди, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух—ацетилен.

#### 4.2. Аппаратура и реактивы

Атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения меди.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, или баллон со сжатым воздухом.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84 и разбавленная 1:1.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Медь металлическая по ГОСТ 546—79, ос.ч.

Медь азотнокислая, стандартные растворы:

Раствор А: 1 г металлической меди растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г меди.

#### 4.3. Подготовка к анализу

Прибор готовят в соответствии с прилагаемой инструкцией. Настраивают спектрофотометр на резонансную линию 324,7 нм.

После включения подачи газа и зажигания горелки распыляют воду и устанавливают нулевое показание прибора.

#### 4.4. Проведение анализа

4.4.1. Навеску стали или чугуна массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха, охлаждают, добавляют 4 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 20—30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. При анализе чугунов или в случае выпадения в осадок кремневой кислоты раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

При массовой доле меди до 0,10 % определение меди проводят непосредственно из полученного раствора. При массовой доле меди выше 0,10 % отбирают аликовотную часть раствора, равную 20 см<sup>3</sup>, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 4 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Для приготовления нулевого раствора в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 4 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Одновременно в тех же условиях готовят раствор контрольного опыта, для чего 1 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и проводят через все стадии анализа.

Растворы распыляют в порядке увеличения абсорбции, начиная с нулевого раствора. Перед распылением каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки.

Из значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу меди находят по градуировочному графику.

#### 4.4.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 3,0; 5,0; 6,0; 7,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0003; 0,0005; 0,0006; 0,0007; 0,0010 г меди. Седьмая колба служит для проведения контрольного опыта. Во все колбы приливают по 4 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Далее поступают, как указано в п. 4.4.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы меди строят градуировочный график.

#### 4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю меди ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} ,$$

где  $m_1$  — масса меди в анализируемой пробе, найденная по гравирировочному графику, г.

$m$  — масса навески, соответствующая аликовотной части раствора, г.

4.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в таблице.

**ПРИЛОЖЕНИЕ**  
*Рекомендации*

**ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ В ВИДЕ  
АММИАЧНОГО КОМПЛЕКСА ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ  
0,10—0,50 %**

**1. Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения меди с аммиаком ( $\lambda_{\text{макс}}=675$  нм).

**2. Аппаратура и реактивы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84, разбавленная 1:2.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75 и раствор с массовой концентрацией 150 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Медь металлическая особой чистоты по ГОСТ 546—79.

Стандартный раствор сернокислой меди: 1 г металлической меди растворяют при нагревании в 25—30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, прибавляют 25 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. После охлаждения соли растворяют в воде, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствор содержит 0,001 г меди.

**3. Проведение анализа**

3.1. Навеску стали или чугуна массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:2, и кипятят раствор до полного удаления окислов азота. К горячему раствору приливают 10 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония и кипятят 3 мин. В случае присутствия хрома и никеля добавляют сухой надсернокислый аммоний в количестве 3—5 г.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и осторожно прибавляют небольшими порциями при постоянном перемешивании 40 см<sup>3</sup> аммиака.

Содержимое колбы охлаждают, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают.

Дают отстояться основной массе осадка и фильтруют раствор через сухой фильтр «белая лента» в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале 650—700 нм или на спектрофотометре при длине волны 675 нм. В качестве раствора сравнения применяют воду. Толщину поглощающего слоя кюветы выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности. Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Из значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитывают значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу меди находят по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом.

### 3.2. Построение градуировочного графика

В шесть конических колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 1 г карбонильного железа, в пять из них прибавляют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора, что соответствует 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 г меди. Шестая колба служит для проведения контрольного опыта. Приливают в колбы по 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:2, и поступают, как указано выше. В качестве раствора сравнения применяют воду. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы меди строят градуировочный график. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля меди.

## 4. Обработка результатов

### 4.1. Массовую долю меди ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} ,$$

где  $m_1$  — масса меди в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, г.

4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.2 настоящего стандарта.

---

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

Д. К. Нестеров, канд. техн. наук; С. И. Рудюк, канд. техн. наук; Н. Н. Гриценко, канд. хим. наук, (руководитель темы); В. Ф. Коваленко, канд. техн. наук; С. В. Спирина, канд. хим. наук (руководитель темы); О. М. Киржнер

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.02.87 № 301**

**3. ВЗАМЕН ГОСТ 22536.8—77**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на которые дана ссылка | Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения |
|---|---|
| ГОСТ 22536.0—87                         | 1.1   |
| ГОСТ 3118—77                            | 2.2, 4.2  |
| ГОСТ 14261—77                           | 2.2, 4.2  |
| ГОСТ 4461—77                            | 2.2, 3.2, 4.2, приложение, п. 2                   |
| ГОСТ 11125—84                           | 2.2, 3.2, 4.2, приложение п. 2                    |
| ГОСТ 4204—77                            | 2.2   |
| ГОСТ 14262—78                           | 2.2   |
| ГОСТ 3760—79                            | 2.2, приложение п. 2.                             |
| ГОСТ 10652—73                           | 2.2   |
| ГОСТ 20015—74                           | 2.2   |
| ГОСТ 20288—74                           | 2.2   |
| ГОСТ 8864—71                            | 2.2   |
| ГОСТ 13610—79                           | 2.2, 4.2, приложение п. 2                         |
| ГОСТ 3653—78                            | 2.2   |
| ГОСТ 546—79                             | 2.2, 4.2, приложение п. 2                         |
| ГОСТ 342—77                             | 2.2   |
| ГОСТ 11293—78                           | 2.2   |
| ГОСТ 20478—75                           | приложение п. 2                                   |

**Изменение № 1 ГОСТ 22536.8—87 Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения меди**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.03.90 № 659**

**Дата введения 01.10.90**

Пункт 2.2. Заменить ссылки: ГОСТ 546—79 на ГОСТ 546—88, ГОСТ 20015—74 на ГОСТ 20015—88.

Пункт 2.3.1. Первый абзац после слов «массой 0,5 г» дополнить словами: «(при массовой доле меди от 0,01 до 0,04 %) и 0,25 г (при массовой доле меди от 0,04 до 0,1 %)».

Пункт 2.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «В семь стаканов вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навески карбонильного железа, соответствующие навеске пробы. В шесть из них приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030 г меди. Седьмой стакан служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы приливают по 30 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, и далее поступают, как указано в п. 2.3.1».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли меди приведены в таблице.

*(Продолжение см. с. 60)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 22536.8—87)*

| Массовая доля меди, %  | Погрешность результатов анализа $\Delta$ , % | Допускаемые расхождения, %   |                                     |                                     |   |
|------------------------|--|--|-------------------------------------|-------------------------------------|---|
|                        |  | двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_k$ | двух параллельных определений $d_3$ | трех параллельных определений $d_3$ | результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения $b$ |
| От 0,01 до 0,02 включ. | 0,004  | 0,005  | 0,004                               | 0,005                               | 0,002   |
| Св. 0,02 до 0,05 »     | 0,006  | 0,007  | 0,006                               | 0,007                               | 0,004   |
| » 0,05 » 0,1 »         | 0,010  | 0,012  | 0,010                               | 0,012                               | 0,006   |
| » 0,10 » 0,2 »         | 0,017  | 0,021  | 0,017                               | 0,021                               | 0,011   |
| » 0,20 » 0,5 »         | 0,026  | 0,033  | 0,028                               | 0,034                               | 0,017   |

Пункты 3.4.2, 4.5.2 изложить в новой редакции: «Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в таблице».

Приложение. Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли меди приведены в таблице».

*(ИУС № 6 1990 г.)*