

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

Вводная часть. Заменить значения «от 0,005 до 0,10 %» на «от 0,01 до 0,10 %», «от 0,005 до 0,20 %» на «от 0,005 до 0,10 %».

Пункт 2.1. Заменить слово: «кислой» на «солянокислой».

Пункт 2.2 дополнить абзацем (после четвертого): «Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—84».

Пункт 2.3.1. Третий абзац. Заменить значение и слова: 0,005—0,05 на 0,01—0,05; «Добавляют в первом случае по 15 см<sup>3</sup>, а во втором случае — по 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и выдерживают 5—7 мин» на «Добавляют по 15 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и выдерживают 5—7 мин. Затем прибавляют 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, и в одну колбу 10 см<sup>3</sup> раствора диантипирилметана».

Пункты 2.3.1, 3.3.1. Заменить слова: «Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают при 600—700 °С и сплавляют с 1 г пирросерникоксидного калия» на «Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 800—900 °С. Осадок смачивают 2—3 каплями серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 5—6 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до паров серной кислоты. Остаток в тиглях прокаливают в течение 5—10 мин при 800—900 °С и сплавляют с 1 г пирросерникоксидного калия».

Пункт 2.3.2. Заменить значение: 0,005—0,05 % на 0,01—0,05 %.

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

(Продолжение см. с. 60)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22536.11—81)

| Массовая доля титана, % | Погрешность результата анализа $\Delta$ , % | Допускаемые расхождения, %   |                                     |                                     |  |
|-------------------------|---|--|-------------------------------------|-------------------------------------|--|
|                         |   | двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_k$ | двух параллельных определений $d_2$ | трех параллельных определений $d_3$ | результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения $\delta$ |
| От 0,005 до 0,01 включ. | 0,0024                                      | 0,0030   | 0,0025                              | 0,0030                              | 0,0016   |
| Св. 0,01 » 0,02 »       | 0,004                                       | 0,004  | 0,004                               | 0,004                               | 0,002  |
| » 0,02 », 0,05 »        | 0,006                                       | 0,007  | 0,006                               | 0,007                               | 0,004  |
| » 0,05 » 0,1 »          | 0,010                                       | 0,013  | 0,011                               | 0,013                               | 0,007  |

Пункт 3.2. Заменить слова: «олово хлористое по ГОСТ 4780—78» на «олово двуххлористое 2-водное по ТУ 6—09—5393—88»;

дополнить абзацем: «Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>: 2,0 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 25 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, при умеренном нагревании. После полного растворения навески осторожно приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и в избыток 1 см<sup>3</sup>. Раствор кипятят до удаления окислов азота, после чего выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:9, и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают».

(Продолжение см. с. 61)

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить слова: «массой 0,5 г» на «1 г (при массовой доле титана от 0,005 до 0,01 %) и 0,5 г (при массовой доле титана от 0,01 до 0,1 %)»;

третий абзац после слов «равную 20 см<sup>3</sup>» дополнить словами: «(при массовой доле титана от 0,005 до 0,05 %) и 10 см<sup>3</sup> (при массовой доле титана от 0,05—0,1 %)»;

заменить слова: «10 см<sup>3</sup> соляной кислоты» на «15 см<sup>3</sup> соляной кислоты».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить слова: «В шесть стаканов вместимостью по 250 см<sup>3</sup> помещают по 0,5 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей титана. В пять из них добавляют 2,5; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00026; 0,00030; 0,00050; 0,00070; 0,00100 г титана. Далее поступают, как указано в п. 3.3.1» на «В шесть стаканов помещают по 10 см<sup>3</sup> (при массовой доле титана 0,005—0,01 %) или по 5 см<sup>3</sup> (при массовой доле титана

(Продолжение см. с. 62)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22536.11—87)

0,01—0,05 %) или по 2,5 см<sup>3</sup> (при массовой доле титана 0,05—0,1 %) раствора карбонильного железа, в пять из них последовательно приливают 1; 2; 3; 4; 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б титана, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г титана. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта.

К растворам в стаканах приливают по 15 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают. Через 5 мин приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:9, 10 см<sup>3</sup> раствора диантипирилметана и вновь перемешивают. Далее раствор подготавливают к экстракции, как указано в п. 3.3.1».

Пункт 3.4.1. Заменить слова: «масса навески, г» на «масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли титана приведены в таблице».

(ИУС № 6 1990 г.)