

## ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

## Методы определения хлора

Sponge titanium.  
Methods for the determination of chlorine

## ГОСТ

9853.4—79

Взамен  
ГОСТ 9853.4—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 августа 1979 г. № 3207 срок действия установлен

с 01.01.1981 г.  
до 01.01.1986 г.

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает турбидиметрический (при массовой доле хлора от 0,01 до 0,12%) и кулонометрический (при массовой доле хлора от 0,01 до 0,4%) методы определения хлора в губчатом титане.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа—по ГОСТ 9853.0—79.

### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА МЕТОДОМ КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

#### 2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования хлорида серебра без предварительного отделения титана. Растворение металла проводят во фтористоводородной кислоте с последующим окислением ионов трехвалентного титана перекисью водорода. Для уменьшения адсорбции хлорид-ионов осадком хлорида серебра вводят поливиниловый спирт. Измерение содержания ионов хлора проводят на кулонометрическом титраторе.

#### 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Титратор лабораторный кулонометрический Т-201 с серебряными электродами (серебро высокой чистоты СВЧ-0) диаметром 2—3 мм.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73, разбавленная 1:5.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 3%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Спирт поливиниловый, 1%-ный раствор.

Титан губчатый с содержанием хлора 0,02—0,04%.

Аммоний молибденокислый по ГОСТ 3765—78, 30%-ный раствор.

Серная кислота по ГОСТ 4204—77, 4 н. раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75, 0,05 н. титрованный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,1%-ный раствор.

Стандартные растворы хлористого натрия.

Раствор А: 1,649 г хлористого натрия, высушенного при температуре 383 К, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 1 мг хлора.

Раствор Б: 10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой.

1 мл раствора Б содержит 0,1 мг хлора.

### 2.3. Подготовка к анализу

Блоки индикации и стабилизатора тока титратора Т-201 включают в электрическую сеть не менее чем за 40—60 мин до проведения измерений. Величину генераторного тока устанавливают на значение 20 мА. Задатчик конечной точки титрования (красная стрелка микроамперметра) устанавливают на значение 15 мкА.

Поверхность электродов должна быть блестящей. Перед каждой серией испытаний необходимо устанавливать точно 3% концентрацию перекиси водорода. Для этого 100 мл концентрированной перекиси водорода помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят до метки водой и перемешивают. 3 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят до метки водой. К аликвотной части раствора 25 мл добавляют 10 мл 4 н. раствора серной кислоты, 1 г йодистого калия, 3 капли 30%-ного раствора молибденокислого аммония, 2—3 капли раствора крахмала и титруют раствором серноватистокислого натрия до исчезновения синей окраски. Концентрацию перекиси водорода ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $V$  — объем израсходованного на титрование раствора серноватистокислого натрия, мл;

$T$  — титр раствора серноватистокислого натрия по перекиси водорода, равный 0,00085 г/мл;

*H* — разведение перекиси водорода.

#### 2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску титана массой 0,3 г помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 35—40 мл, вливают 15 мл фтористоводородной кислоты и закрывают крышкой. После прекращения бурной реакции и полного растворения пробы смывают жидкость с крышки в стакан 2—3 мл воды. Из бюреток приливают 5 мл раствора перекиси водорода и 1 мл раствора поливинилового спирта. После охлаждения раствора до комнатной температуры доводят объем раствора в стакане до 30 мл.

Титрование проводят следующим образом: помещают стакан с раствором на титровальный столик и погружают в него электроды с мешалкой. Переключатель рода работ включают в положение «Подготовка», одновременно включается мешалка. Ручкой сброса показаний счетчика устанавливают секундомер на нуль. После того, как стрелка микроамперметра установится на делениях 5—7 м $\mu$ А, ручку переключателя рода работ включают в положение «Титрование». Одновременно включают секундомер. После того, как прекратилось титрование (загорается сигнальная лампа «конец»), записывают показания счетчика. Сбрасывают показания счетчика, убирают стакан, обмывают водой электроды и мешалку. Содержание хлора определяют по градуировочному графику.

#### 2.4.2. Построение градуировочного графика

В полиэтиленовые стаканы помещают навески массой 0,3 г губчатого титана с установленным содержанием хлора менее 0,04%, растворяют во фтористоводородной кислоте, вводят растворы перекиси водорода и поливинилового спирта, как указано в п. 2.4.1. Из бюретки вливают 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 мл стандартного раствора Б.

Доводят водой объем раствора в стаканчиках до 30 мл. Титрование производят по п. 2.4.1.

По найденным значениям счетчика и массовым долям хлора в процентах строят градуировочный график. Не меняя наклона графика, переносят градуировочную прямую параллельно оси ординат на величину массовой доли в процентах в образце губчатого титана, примененного для построения градуировочного графика.

#### 2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю хлора в процентах находят по градуировочному графику.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

2.5.3. Правильность результатов анализов проверяют методом добавок. Для этого в пробу с установленным содержанием хлора

вводят стандартный раствор хлористого натрия, содержащий определенное количество хлора, и анализируют, как указано в ходе анализа.

Таблица 1

Массовая доля хлора, %	Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета, %	Абсолютные допустимые расхождения между результатами анализов проб двух брикетов, %
От 0,01 до 0,03	0,008	0,010
Св. 0,03 » 0,06	0,010	0,025
» 0,06 » 0,08	0,012	0,030
» 0,08 » 0,10	0,016	0,040
» 0,10 » 0,12	0,018	0,045
» 0,12 » 0,30	0,020	0,050
» 0,30 » 0,40	0,030	0,060

Результаты анализа считают правильными, если полученный результат за вычетом добавки отличается от содержания хлора в пробе на величину, не превышающую допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования хлорида серебра без предварительного отделения титана. Растворение металла производят в смеси азотной и фтористоводородной кислот, избыток фтористоводородной кислоты связывают борной кислотой. Измерение оптической плотности раствора суспензии хлористого серебра производят на фотоэлектролориметре.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Фотоэлектролориметры ФЭК-56, ФЭК-Н-57 или ФЭК-60.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73, разбавленная 1:5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:3 и 1:19.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,2%-ный раствор.

Стандартные растворы хлористого натрия.

Раствор А: 1,649 г хлористого натрия, высущенного при температуре 383 К, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 1 мг хлора.

Раствор Б: 2 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки водой.

1 мл раствора Б содержит 0,02 мг хлора.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску титана массой 0,5 г помещают в полиэтиленовую банку вместимостью 100 мл, смачивают 1—1,5 мл воды, помещают банку с пробой в сосуд с холодной дистиллированной водой и постепенно приливают 10 мл фтористоводородной кислоты в 5 приемов. Пробу растворяют при постоянном перемешивании. После полного растворения приливают 2—3 мл концентрированной азотной кислоты и закрывают крышкой до прекращения бурной реакции. После обесцвечивания раствора добавляют 1,5 г борной кислоты, 5 мл азотной кислоты, разбавленной 1:3, перемешивая, дают постоять 10 мин. Содержимое банки переводят в мерную колбу вместимостью 50 мл. Смывают жидкость со стенок и с крышки азотной кислотой, разбавленной 1:19, ею же доводят раствор в колбе до метки и тщательно перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5—20 мл, содержащую 20—100 мкг хлора, переводят в мерную колбу вместимостью 50 мл, разбавляют азотной кислотой, разбавленной 1:19, примерно до 35 мл, перемешивают, приливают 3 мл раствора азотнокислого серебра, и, не перемешивая, оставляют в темном месте на 10 мин. Затем раствор в колбе доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 540 нм) в кювете с толщиной слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Содержание хлора рассчитывают по градуировочному графику.

### 3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл вводят из микробюretки 1, 2, 3, 4, 5, 6 мл стандартного раствора Б. Объем в колбах доводят примерно до 35 мл азотной кислотой, разбавленной 1:19, перемешивают, приливают 3 мл раствора азотнокислого серебра, и, не перемешивая, оставляют в темном месте на 10 мин. Затем раствор в колбе доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. Оптическую плотность измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 540 нм). Раствором сравнения служит раствор, содержащий все реагенты без введения стандартного раствора хлористого натрия.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим концентрациям хлора строят градуировочный график.

П р и м е ч а н и е. Содержание хлора должно определяться в помещении, в котором не ведется никакой работы с соляной кислотой, хлором и его соединениями.

## 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю хлора в процентах находят по градуировочному графику.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного брикета и результатов анализов проб двух брикетов, отобранных из одной и той же общей пробы, не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля хлора, %	Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета, %	Абсолютные допустимые расхождения между результатами анализа проб двух брикетов, %
От 0,01 до 0,03	0,008	0,01
Св. 0,03 > 0,08	0,010	0,016
> 0,08 > 0,12	0,016	0,028

3.4.3. Правильность результатов анализа проверяют методом добавок. Для этого поступают следующим образом: в пробу с установленным содержанием хлора вводят стандартный раствор хлористого натрия, содержащий 20 мкг хлора, и анализируют как указано в ходе анализа. Результаты анализа считают правильными, если полученный результат за вычетом добавки отличается от содержания хлора в пробе на величину, не превышающую допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

**Изменение № 1 ГОСТ 9853.4—79 Титан губчатый. Методы определения хлора**  
**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета**  
**СССР по стандартам от 23.10.87 № 3995**

**Дата введения 01.03.88**

Пункт 1.1 дополнить словами: «с дополнением по 1.1 ГОСТ 9853.1—79».  
Пункт 2.2. Заменить слова: «4 н. раствор» на «раствор концентрации  
(Продолжение см. с. 98)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.4—79)*

$c(1/2\ H_2SO_4)$  равной 4 моль/дм<sup>3</sup> (4 н.), «0,05 н. титрованный раствор» на «раствор титрованный концентрации  $c(Na_2S_2O_3)$  равной 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.)».

Пункт 2.3. Исключить слова: «4 н.».

(ИУС № 1 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9853.4—79 Титан губчатый. Методы определения хлора  
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета  
СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.08.90 № 2408

Дата введения 01.03.91

По всему тексту стандарта заменить слова: «содержание» на «массовая доля» (пп. 2.1; 2.4.2; 2.5.3; 3.3.1; 3.3.2; 3.4.3); «доводят» на «доливают» (пп. 2.3; 2.4.1; 2.3.2).

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает турбидиметрический (при массовой доле хлора от 0,05 до 0,12%), кулонометрический (при массовой доле хлора от 0,01 до 0,4%) и меркуриметрический (при массовой доле хлора от 0,05 до 0,3%) методы определения хлора в губчатом титане».

Пункт 2.2. Первый абзац. Заменить значение: 2—3 на 2—4;

(Продолжение см. с. 112)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.4—79)*

третий абзац. Заменить слова: «3 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией перекиси водорода 30 г/дм<sup>3</sup>»;

пятый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией поливинилового спирта 10 г/дм<sup>3</sup>»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Титан губчатый с массовой долей хлора не более 0,04 %»;

десятый абзац. Заменить слова: СТ СЭВ 223—75 на ГОСТ 27068—86;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией растворимого крахмала 1 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.3. Формулу дополнить номером: (1).

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.5.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета и результатами анализов проб двух брикетов, отобранных из одной и той же объединенной

*(Продолжение см. с. 119)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.4—79)

пробы, при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля хлора, %	Допускаемые расхождения двух параллельных определений проб одного брикета, %	Допускаемые расхождения результатов анализов проб двух брикетов, %
От 0,010 до 0,030 включ.	0,008	0,010
Св. 0,030 » 0,060 »	0,010	0,025
» 0,060 » 0,080 »	0,012	0,030
» 0,080 » 0,100 »	0,016	0,040
» 0,100 » 0,120 »	0,018	0,045
» 0,12 » 0,30 »	0,02	0,05
» 0,30 » 0,40 »	0,03	0,06

Пункт 2.5.3. Заменить слово: «Правильность» на «Контроль точности».

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Колориметр концентрационный фотометрический типа КФК-2 или КФК-2МП или аналогичные приборы»;

шестой абзац. Заменить слова: «0,2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией азотнокислого серебра 2 г/дм<sup>3</sup>»;

дополнить абзацем (после последнего): «Раствор В: 5 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,05 мг хлора».

Пункты 3.3.1 (второй абзац), 3.3.2 (первый абзац). Заменить слово: «фотоэлектроколориметр» на «фотометрическом колориметре».

Пункт 3.3.2. Исключить слова: «Построение градуировочного графика», второй абзац и примечание исключить.

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.3а, 3.3б: «3.3.а. Допускается проведение анализа по следующей методике.

3.3а.1. Навеску титана массой 0,3 г помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 100—200 см<sup>3</sup> и приливают 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты (1:5).

Пробу растворяют при постоянном перемешивании.

После полного растворения пробы приливают 3 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, перемешивают до обесцвечивания. Добавляют 1 г борной кислоты, перемешивают до растворения борной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Далее добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:3), перемешивают, приливают 3 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и, не перемешивая, оставляют в темном месте на 10 мин. Затем раствор в колбе доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотометрическом колориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 400 нм) в кювете с толщиной слоя, поглощающего свет 30 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Массовую долю хлора рассчитывают по градуировочному графику.

3.3а.2. В восемь полиэтиленовых стаканов помещают навески массой 0,3 г расплавленного губчатого титана, приливают по 10 см<sup>3</sup> плавиковой кислоты, разбавленной 1:5, при постоянном перемешивании. После полного растворения приливают по 3 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и перемешивают до обесцвечивания раствора. Затем добавляют по 1 г борной кислоты, перемешивают до растворения борной кислоты, приливают по 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:3, и растворы переводят в восемь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

В семь из восьми мерных колб с переведенными растворами вводят из микробюretки 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. Объемы

(Продолжение см. с. 114)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.4—79)

в восьми колбах доводят примерно до 35 см<sup>3</sup> азотной кислотой, разбавленной 1:19, перемешивают, приливают по 3 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, и, не перемешивая, оставляют в темном месте на 10 мин. Затем растворы в колбах доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. Оптическую плотность измеряют на фотометрическом колориметре при длине волны 400 нм.

Раствором сравнения служит раствор восьмой колбы.

3.3.6 Построение градуировочного графика

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим концентрациям хлора строят градуировочный график.

Примечание Массовая доля хлора должна определяться в помещении, в котором не ведется никакой работы с соляной кислотой, хлором и его соединениями.

Пункты 3.4.1—3.4.3 изложить в новой редакции: «3.4.1. Массовую долю хлора ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} , \quad (2)$$

где  $m_1$  — масса хлора в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, г.

3.4.2 Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного брикета и результатов анализов проб двух брикетов, отобранных из одной и той же общей пробы, не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля хлора %	Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета, %	Допускаемые расхождения между результатами анализа проб двух брикетов, %
От 0,010 до 0,030 включ.	0,008	0,010
Св 0,030 » 0,080 »	0,010	0,016
» 0,080 » 0,120 »	0,016	0,028

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу, близкому по химическому составу к анализируемому материалу и аттестованному в соответствии с ГОСТ 8.315—78, или по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Определение хлора меркуриметрическим методом

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании малодиссоциированного соединения двуххлористой ртути при титровании раствора, содержащего хлор, раствором азотнокислой ртути с применением в качестве индикатора нитропруссида натрия.

4.2 Реактивы, растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,49 г/см<sup>3</sup> и разбавленная 1:4 и 1:10.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, разбавленная 1:5.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Натрия нитропруссид по ТУ 42—18—86, раствор с массовой концентрацией нитропруссида натрия 100 г/дм<sup>3</sup>.

Ртуть азотнокислая по ГОСТ 4520—78, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

(Продолжение см. с. 115)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.4—79)

Раствор хлористого натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, готовят из стандарт-титра по ТУ 6—09—2540—87.

Стандартные растворы хлористого натрия:

Раствор А: 1,1649 г хлористого натрия, высушенного при температуре (110 ± 10) °С, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг хлора.

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг хлора.

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление раствора азотнокислой ртути: 17,0 г азотнокислой ртути растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды с добавлением 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты ( $d = 1,49$ ). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.2. Определение коэффициента поправки молярной концентрации раствора азотнокислой ртути: в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают 25 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, добавляют 6 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:4, 2 см<sup>3</sup> нитропруссида натрия и титруют раствором азотнокислой ртути ( $K$ ) до появления неисчезающей притщательном перемешивании мутти.

Коэффициент поправки молярной концентрации раствора азотнокислой ртути вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V_1} , \quad (3)$$

где 25 — объем раствора хлористого натрия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованной на титрование, см<sup>3</sup>.

Результаты вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. За результат принимают среднее значение из трех параллельных определений.

Коэффициент поправки молярной концентрации раствора должен быть в пределах 0,9500—1,0500.

Коэффициент поправки молярной концентрации раствора проверяют один раз в месяц.

4.4. Проведение анализа

Навеску титана массой 2 г помещают в полистиленовый стакан или банку вместимостью 100—200 см<sup>3</sup> и смачивают 2 см<sup>3</sup> воды. Стакан или банку ставят в сосуд с холодной дистиллированной водой (температура воды должна быть не более 15 °С) и постепенно приливают 40 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты, накрывая стакан или банку крышкой.

Растворение навески производят при постоянном перемешивании раствора. После полного растворения навески приливают 4—5 см<sup>3</sup> азотной кислоты ( $d =$

(Продолжение см. с. 116)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.4—79)

= 1,49) и закрывают стакан или банку крышкой до прекращения бурной реакции. После обесцвечивания раствор переводят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, куда предварительно введено 2 г борной кислоты и 50 см<sup>3</sup> воды, перемешивают до полного растворения, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:10), 1—2 см<sup>3</sup> раствора нитропруссида натрия и титруют из микробюретки раствором азотнокислой ртути до появления неисчезающей при тщательном перемешивании мутти. Одновременно проводят контрольный опыт с реагентами через все стадии анализа.

#### 4.5. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot K \cdot 0,00355 \cdot 100}{m_2}, \quad (4)$$

где  $V_2$  — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованной на титрование пробы, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованной на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент поправки молярной концентрации раствора азотнокислой ртути;

0,00355 — массовая концентрация азотнокислой ртути, выраженная в г/см<sup>3</sup> хлора;

$m_2$  — масса навески, г.

4.5.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета и результатами анализа проб двух брикетов, отобранных из одной и той же объединенной пробы, при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля хлора, %	Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета, %	Допускаемые расхождения между результатами анализа проб двух брикетов, %
От 0,050 до 0,150 включ	0,013	0,020
Св. 0,150 » 0,300 »	0,028	0,040

4.5.3. Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу, близкому по химическому составу к анализируемому материалу и аттестованному в соответствии с ГОСТ 8.315—78, а также любым другим методом, предусмотренным ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 11 1990 г.).