

ГОСТ Р 51013—97

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ,
КОРРОЗИОННОСТОЙКИЕ,
ПРЕЦИЗИОННЫЕ НА ОСНОВЕ
НИКЕЛЯ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

Издание официальное

БЗ 4—96/146

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

ГОСТ Р 51013—97

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 января 1997 г. № 10

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 Приложение А содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 11433—93 «Никелевые сплавы. Определение содержания титана. Спектрофотометрический метод с диантипирилметаном»

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Нагревают до начала реакции и продолжают нагревание до полного растворения. Если сплав не растворяется, необходима некоторая корректировка смеси кислот. Добавляют хлористоводородную кислоту, увеличивая ее содержание на 1 см³, и продолжают нагревание до растворения испытуемой навески.

А.7.1.3 *Приготовление конечного испытуемого раствора*

Добавляют 7 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают раствор до появления белых паров. Охлаждают содержимое и поступают далее в соответствии с А.7.1.3.1 или А.7.1.3.2 в зависимости от присутствия тантала.

А.7.1.3.1 При отсутствии тантала добавляют 20 см³ шавелевой кислоты и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают и для сплавов, не содержащих вольфрам, анализ продолжают, как указано в А.7.1.4.

А.7.1.3.1.1 Если сплав содержит вольфрам, добавляют раствор гидроксида аммония до получения щелочного раствора. Кипятят раствор до растворения вольфрамовой кислоты. Раствор охлаждают и подкисляют добавлением 20 см³ хлористоводородной кислоты. Раствор охлаждают и продолжают анализ, как указано в А.7.1.4.

А.7.1.3.2 В присутствии тантала добавляют 30 см³ воды, нагревают до растворения солей и снова охлаждают. Раствор фильтруют через складчатый фильтр с фильтробумажной массой. Осадок промывают теплой водой. Фильтрат сохраняют. Помещают фильтр с осадком в платиновый тигель, озоляют при 800 °С и охлаждают. Добавляют 1 г кислого сернокислого калия, накрывают тигель платиновой крышкой и осторожно сплавляют над пламенем. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 150 см³, содержащий 20 см³ раствора шавелевой кислоты, и осторожно нагревают до растворения плава. Платиновый тигель вынимают и промывают. Соединяют шавелевокислый раствор с первоначальным фильтратом и продолжают, как указано в А.7.1.4.

А.7.1.4 *Разбавление*

А.7.1.4.1 *Разбавление при содержании титана менее 1,0 % (m/m)*

Переносят испытуемый раствор (А.7.1.3.1, А.7.1.3.1.1 или А.7.1.3.2) в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

А.7.1.4.2 *Разбавление при содержании титана от 1 до 5 % (m/m)*

Переносят испытуемый раствор (А.7.1.3.1, А.7.1.3.1.1 или А.7.1.3.2) в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

А.7.2 *Развитие окраски*

А.7.2.1 Аликвотную часть испытуемого раствора (А.7.1.4.1 или А.7.1.4.2) 5 см³ отбирают пипеткой и помещают в две мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая.

А.7.2.2 В две мерные колбы добавляют по 5,0 см³ разбавленной хлористоводородной кислоты (раствор 1:1), 5,0 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 20 см³ раствора хлористого натрия. Растворы перемешивают и оставляют стоять несколько минут.

А.7.2.3 В одну из мерных колб добавляют 10,0 см³ раствора диантипирилметана.

А.7.2.4 Раствор в обеих колбах доливают до метки водой и оставляют стоять 40 мин.

А.7.3 Спектрометрические измерения

А.7.3.1 Измеряют абсорбцию обоих растворов, полученных в соответствии с А.7.2.4, относительно воды, как раствора сравнения на молекулярном абсорбционном спектрометре при длине волны 390 нм в кювете 1 см.

А.7.3.2 Абсорбцию испытуемого раствора вычитают из абсорбции испытуемого раствора, содержащего диантипирилметановый комплекс.

А.7.4 Контрольный опыт

Параллельно с определением проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов, используя такую же процедуру выполнения анализа и такие же количества реактивов.

А.7.5 Калибровка

А.7.5.1 В шесть мерных колб вместимостью 50 см³ каждая с помощью микропипетки помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора титана.

А.7.5.2 Добавляют растворы разбавленной хлористоводородной кислоты, аскорбиновой кислоты и хлористого натрия как в А.7.2.2.

А.7.5.3 Добавляют к растворам 10,0 см³ раствора диантипирилметана. Растворы доливают до метки водой, перемешивают и оставляют стоять 40 мин. Эта серия соответствует 0:0, 0:1, 0:2, 0:25 мг/см³ титана.

А.7.5.4 Измеряют абсорбцию калибровочных растворов, как указано в А.7.3.

Вычитают абсорбцию калибровочного раствора, не содержащего титана, из абсорбции остальных калибровочных растворов.

А.7.5.5 Строят калибровочный график зависимости абсорбции от содержания титана в калибровочных растворах.

А.7.6 Количество определений

Определение титана выполняют минимально в двух параллельных навесках.

А.7.7 Контрольный анализ

Качество метода может быть проконтролировано параллельным определением титана в одном или нескольких образцах аналогичного сплава, содержание титана в которых известно, с использованием такой же процедуры выполнения анализа.

А.8 Обработка результатов**А.8.1 Расчет**

А.8.1.1 Определяют концентрацию титана в испытуемом растворе (А.7.3.2) и в контрольном опыте по калибровочному графику (А.7.5.5).

А.8.1.2 Рассчитывают содержание титана W_{Ti} , %, по формуле

$$W_{Ti} = \frac{(\rho_{Ti} - \rho_{Ti,о}) V}{m} \cdot 10^{-3}, \quad (A.1)$$

где ρ_{Ti} — концентрация титана в испытуемом растворе (А.8.1.1), мкг/см³;

$\rho_{Ti,о}$ — концентрация титана в контрольном опыте (А.8.1.1), мкг/см³;

V — объем испытуемого раствора (А.7.1.4.1 или А.7.1.4.2), см³;

m — масса испытуемой навески (А.7.1.1), г.

ГОСТ Р 51013—97

А.8.2 Точность

А.8.2.1 Лабораторные испытания

Одиннадцать лабораторий в четырех странах принимали участие в испытаниях этого метода анализа, используя четыре образца, химический состав которых приведен в таблице А.2. Каждый образец был проанализирован дважды в разные дни.

Таблица А.2 — Химический состав испытываемых образцов, % (m/m)

Образец	Al	Co	Cr	Fe	Hf	Mo	Nb	Ta	Ti	W	Ni
RE-1	5,5	10	9	—	1,6	—	—	2,6	1,5	10	Остальное
RE-2	0,5	0,5	20	18	—	3	5	—	1,0	—	*
RE-3	1,9	19	22	—	—	—	1	1,4	3,7	2	*
RE-4	3,0	10	14	—	—	4	—	—	5,0	4	*

А.8.2.2 Статистический анализ

Результаты межлабораторной программы испытаний были оценены с использованием средних из двух результатов. Данные были обработаны статистически с использованием критериев Кохрана и Диксона.

А.8.2.3 Повторяемость и воспроизводимость были вычислены с доверительной вероятностью 95 %. Результаты статистического анализа приведены в таблице А.3.

Таблица А.3 — Результаты статистического анализа

Стандартный образец	Среднее значение результатов анализа, %, (m/m)	Внутрилабораторное стандартное отклонение	Межлабораторное стандартное отклонение	Сходимость	Воспроизводимость
RE-1	1,49	0,015	0,026	0,041	0,084
RE-2	0,37	0,007	0,012	0,019	0,038
RE-3	3,69	0,018	0,026	0,050	0,089
RE-4	5,09	0,022	0,044	0,063	0,139

А.9 Помехи

Если в никелевых сплавах присутствует молибден, то он может быть причиной завышения получаемого значения титана (А.8.1.2) на 0,001 % (m/m) Ti на каждый 1,0 % (m/m) Mo.

ГОСТ Р 51013–97

УДК 669.245:546.77.006:006.354 ОКС 77.100.20 В39 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: сплавы жаропрочные, коррозионностойкие, прецизионные, методы контроля, титан, диантипириметан

Редактор *Л.И. Нахинова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартымяновой*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 05.02.97. Подписано в печать 03.03.97.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,83. Тираж 289 экз. С227. Зак. 178.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие требования	2
4 Фотометрический метод определения титана (0,15—3,0 %)	2
Приложение А Никелевые сплавы. Определение содержания титана. Спектрофотометрический метод с диа-нтипирилметаном	6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ, КОРРОЗИОННОСТОЙКИЕ,
ПРЕЦИЗИОННЫЕ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

Методы определения титана

Nickel based fire-resistant, corrosion-resistant, precision alloys.
Methods for titanium determination

Дата введения 1997—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана в жаропрочных, коррозионностойких и прецизионных сплавах на основе никеля при массовой доле титана от 0,15 до 3,0 %.

Допускается определение титана спектрофотометрическим методом по методике международного стандарта ИСО 11433, приведенной в приложении А.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5817—77 Кислота винная. Технические условия
- ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
- ГОСТ 7172—76 Калий пиросерникоксидный. Технические условия
- ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ Р 51013—97

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 19807—91 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки

ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

4 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА (0,15—3,0 %)

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном в среде хлористоводородной кислоты и измерении оптической плотности раствора при длине волны 395 нм.

Железо (III) и ванадий (V) восстанавливают аскорбиновой кислотой.

Вольфрам и ниобий маскируют соответственно ортофосфорной и винной кислотами.

4.2 Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющие проводить измерения светопоглощения раствора при длине волны 390 нм.

Кислота хлористоводородная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261, раствор 1:1, 1:9, 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262, разбавленная 1:1, 1:2, 1:5.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор массовой концентрации 200 г/дм³.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 5817, раствор массовой концентрации 40 г/дм³, готовят в день применения.

Диантипирилметан, раствор массовой концентрации 40 г/дм³.

4 г диантипирилметана растворяют в 100 см³ хлористоводородной кислоты, разбавленной 1:6.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Стандартный раствор титана: 0,1 г металлического титана помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 50 см³ серной кислоты (1:2) и растворяют при нагревании. Затем прибавляют по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Раствор охлаждают. Осторожно обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки серной кислотой (1:5) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г титана.

Калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172.

Аммоний молибденовоокислый по ГОСТ 3765, раствор: 1,8402 г молибденовоокислого аммония помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в воде при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г молибдена.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 *Приготовление испытуемого раствора для сплавов, не содержащих вольфрам и ниобий*

Навеску 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100—150 см³, прибавляют 20 см³ хлористоводородной кислоты, 5 см³ азотной кислоты и растворяют при нагревании. Прибавляют 15 см³ серной кислоты (1:1), выпаривают раствор до паров серной кислоты и охлаждают. Прибавляют 20 см³ хлористоводородной кислоты (1:9) и растворяют соли при нагревании.

4.3.2 *Приготовление испытуемого раствора для сплавов, содержащих вольфрам и ниобий*

Навеску пробы 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100—150 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ хлористоводородной кислоты, 15 см³ серной кислоты (1:1) и 3 см³ ортофосфорной кислоты. Прибавляют 5—7 см³ азотной кислоты и выпаривают до паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, приливают 15 см³ раствора винной кислоты, 20 см³ хлористоводородной кислоты (1:9) и растворяют соли при нагревании.

4.3.3 При наличии нерастворимого осадка раствор, полученный в соответствии с 4.3.1 или 4.3.2, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают фильтр два раза хлористово-

ГОСТ Р 51013—97

дородной кислотой (1:100) и затем водой. Фильтрат сохраняют (основной фильтрат). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают при 600—700 °С и сплавляют с 1 г пироксернокислого калия. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 150 см³ и растворяют плав при нагревании в 20—30 см³ хлористоводородной кислоты (1:9).

Тигель вынимают и обмывают хлористоводородной кислотой (1:9).

Полученный раствор присоединяют к основному фильтрату.

4.3.4 Развитие окраски

Раствор, полученный в соответствии с 4.3.1, 4.3.2 или 4.3.3, переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки хлористоводородной кислотой (1:9) и перемешивают.

В две мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая помещают аликвотные части раствора в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Аликвотная часть раствора, см ³
От 0,15 до 1,0 включ.	20
Св. 1,0 * 2,0 *	10
* 2,0 * 3,0 *	5

В каждую колбу прибавляют по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, растворы перемешивают и оставляют стоять 5—10 мин. Добавляют по 15 см³ хлористоводородной кислоты (1:1) и в одну из колб приливают 10 см³ раствора диантипирилметана. Растворы в колбах доливают до метки водой, перемешивают и оставляют стоять 40 мин.

Оптическую плотность полученных растворов измеряют на спектрофотометре при длине волны 395 нм в кювете с толщиной слоя жидкости 1 см или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания в интервале длин волн 390—405 нм, выбирая кювету таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть раствора, содержащую все реактивы, за исключением диантипирилметана.

Одновременно с проведением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Содержание титана находят по градуировочному графику.

4.4 Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью 100—150 см³ каждый приливают

1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора титана. Если анализируемый сплав содержит молибден, в каждый стакан прибавляют раствор молибдата аммония в количестве, соответствующем содержанию молибдена в анализируемом сплаве. Седьмой стакан служит для проведения контрольного опыта. Далее анализ проводят, как указано в 4.3. Объем аликвотной части равен 20 см³. При измерении оптической плотности в качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта. Строят градуировочный график зависимости оптической плотности от содержания титана в градуировочных растворах.

4.5 Обработка результатов

Массовую долю титана X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

- где m_1 — масса титана в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;
 m_2 — масса титана в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, г;
 m — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

Нормы точности и нормативы контроля приведены в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Погрешность результатов анализа Δ	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов, выполненных в различных условиях d_1	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения δ
От 0,15 до 0,20 включ.	0,02	0,03	0,02	0,03	0,01
Св. 0,20 * 0,50 *	0,04	0,04	0,04	0,04	0,02
* 0,50 * 1,0 *	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
* 1,0 * 2,0 *	0,07	0,09	0,07	0,09	0,04
* 2,0 * 3,0 *	0,11	0,14	0,11	0,14	0,07

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)**ИСО 11433—93****Никелевые сплавы. Определение содержания титана.
Спектрофотометрический метод с диантипирилметаном****А.1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения титана в интервале от 0,3 до 5,0 % (m/m) в никелевых сплавах. Допускается распространение этого метода до нижней границы 0,05 % титана.

Метод допускает определение титана в сплавах, содержащих вольфрам и/или тантал.

А.2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 7565—81 Чугун, сталь и сплавы. Методы отбора проб для химического анализа

ГОСТ 29169—91 Лабораторная стеклянная посуда. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29251—91 Лабораторная стеклянная посуда. Бюретки. Часть 1.

Общие требования

А.3 Сущность метода

Испытуемую пробу растворяют в хлористоводородной и азотной кислотах.

Хлористоводородную и азотную кислоты удаляют выпариванием раствора до паров серной кислоты. Образуют комплексное соединение титана с диантипирилметаном и измеряют абсорбцию испытуемого раствора при длине волны 390 нм.

А.4 Реактивы

В анализе используют реактивы аналитической степени чистоты, если не оговорено другое, и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

Хлористоводородная кислота, $\rho_{20} = 1,18 \text{ г/см}^3$.

Хлористоводородная кислота, $\rho_{20} = 1,18 \text{ г/см}^3$, раствор 1:1.

Серная кислота, $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$, разбавленная 1:1. Медленно и при постоянном перемешивании добавляют 100 см³ серной кислоты к 100 см³ воды.

Азотная кислота, $\rho = 1,41 \text{ г/см}^3$.

Аммония гидроксид, раствор $\rho = 0,88 \text{ г/см}^3$.

Аскорбиновая кислота, раствор: 20 г аскорбиновой кислоты (C₆H₈O₆) растворяют в воде, разбавляют до 200 см³ и перемешивают.

Калий кислый сернокислый (KHSO₄).

Шавелевая кислота, раствор: 10 г шавелевой кислоты двухводной [(COOH)₂·2H₂O] растворяют в воде, разбавляют до 200 см³ и перемешивают.

Диантипирилметан, раствор: 4 г диантипирилметана моногидрата

($O_{23}H_{24}N_4O_2 \cdot H_2O$) растворяют в воде, содержащей 25 см^3 хлористоводородной кислоты, раствор 1:1 разбавляют до 200 см^3 и перемешивают.

Натрий хлористый, раствор: 117 г хлористого натрия ($NaCl$) растворяют в воде, разбавляют до 500 см^3 и перемешивают.

Титан, основной стандартный раствор ($0,200 \text{ г/дм}^3$): $0,739 \text{ г}$ калия-титанил оксалата двухводного [$K_2TiO(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$] растворяют в воде, добавляют 50 см^3 разбавленной серной кислоты и выпаривают до паров. Охлаждают и разбавляют водой. Переносят холодный раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , доливают до метки водой и перемешивают.

Титан, стандартный раствор (25 см/дм^3): $25,0 \text{ см}^3$ основного стандартного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 , добавляют 20 см^3 разбавленной серной кислоты. Раствор охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

А.5 Аппаратура

Конические колбы вместимостью 125 см^3 .

Мерные колбы вместимостью $50, 100, 200, 250$ и 500 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 5 см^3 по ГОСТ 29169.

Микробюретка вместимостью 10 см^3 , градуированная, с делениями $0,02 \text{ см}^3$ по ГОСТ 29251.

Спектрометр молекулярный абсорбционный, позволяющий измерять абсорбцию при длине волны 390 нм .

А.6 Отбор и подготовка проб

А.6.1 Отбор и подготовка лабораторной пробы должны проводиться по обычным согласованным методикам или, в случае разногласия, по ГОСТ 7565.

А.6.2 Лабораторная проба является нормальной в форме фрезерной или сверлильной стружки и не требует дальнейшего приготовления.

А.6.3 Если имеются подозрения, что лабораторная проба загрязнена маслом или смазкой в процессе фрезерования или сверления, она должна быть очищена промыванием в ацетоне высокой чистоты и высушена на воздухе.

А.6.4 Если лабораторная проба содержит частицы или кусочки широко варьируемых размеров, испытываемая проба должна быть получена делением.

А.7 Проведение анализа

А.7.1 Приготовление испытываемого раствора

А.7.1.1 Навеска испытываемой пробы

Навеску испытываемой пробы взвешивают с точностью до $0,1 \text{ мг}$ в соответствии с таблицей А.1.

Таблица А.1

Ожидаемое содержание титана, %, (m/m)	Масса пробы, г
От 0,3 до 3,0 включ.	0,19—0,21
Св. 3,0 * 5,0 *	0,099—0,11

А.7.1.2 Растворение испытываемой навески в кислоте

Испытываемую навеску помещают в коническую колбу вместимостью 125 см^3 . Добавляют 10 см^3 хлористоводородной кислоты и 3 см^3 азотной кислоты.