

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****СПЛАВ ТИТАН-НИКЕЛЬ****Метод определения никеля****ГОСТ****19863.16—91**

Titanium-nickel alloy.  
Method for the determination of nickel

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения никеля при массовой доле от 40,0 до 60,0%.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА**

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, осаждении никеля диметилглиоксимиом из аммиачного раствора, содержащего лимонную кислоту, растворении осадка диметилглиоксимата никеля в соляной кислоте, связывании никеля трилоном Б и титровании избытка трилона Б азотнокислым свинцом с индикатором кислотным хром темно-синим.

**3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Термометр стеклянный жидкостный или ртутный до 100°C с ценой деления 1°C.

Фильтры беззольные по ТУ 6-09-1678.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, раствор 1 : 1.

**Издание официальное**

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта ССР

Гидроксиамина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 1.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>: 5 г диметилглиоксина растворяют в 1000 см<sup>3</sup> этилового спирта.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Индикатор кислотный хром темно-синий: 0,1 г реагента помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> воды и растворяют при слабом нагревании. После полного растворения раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Индикатор конго красный: 0,1 г реагента растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при слабом нагревании.

Индикаторная бумага конго: фильтры средней плотности («белая лента») пропитывают раствором конго, высушивают в сушильном шкафу при температуре (110±5)°С, нарезают и хранят в бюксе. Бумага пригодна к применению в течение одного месяца.

Соль динатриевая этилендиамин — N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 9,31 г трилона Б растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 8,28 г азотнокислого свинца растворяют в 30 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и упаривают досуха. К сухому остатку приливают 100 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей, охлаждают до комнатной температуры и фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Никель по ГОСТ 849 марки H22.

Стандартный раствор никеля

1 г никеля помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и растворяют при нагревании. После полного растворения никеля приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1 и выпаривают до появления белых паров серной кислоты. После охлаждения до комнатной температуры к раствору осторожно приливают 100 см<sup>3</sup> воды и кипятят 2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Для установления массовой концентрации трилона Б по никелю ( $T$ ) в три конические колбы вместимостью по 250 см<sup>3</sup> помещают аликовотную часть стандартного раствора никеля по 10 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 70 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> раствора трилона Б. Раствор нейтрализуют аммиаком до изменения окраски бумаги конго из синей в красную, 15—20 капель аммиака добавляют в избыток, приливают 1 см<sup>3</sup> индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором азотнокислого свинца до резкого изменения окраски раствора из синей в малиновую.

Массовую концентрацию трилона Б по никелю ( $T$ ), г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C \cdot V}{V_1 - V_2 \cdot K}, \quad (1)$$

где  $C$  — массовая концентрация стандартного раствора никеля, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем стандартного раствора никеля, используемый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора трилона Б, используемый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора азотнокислого свинца, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между растворами трилона Б и азотнокислого свинца.

$$K = \frac{V_1}{V_2}.$$

Устанавливают соотношение  $K$  между растворами трилона Б и азотнокислого свинца: в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 70 см<sup>3</sup> воды. Раствор нейтрализуют аммиаком до изменения окраски бумаги конго из синей в красную, добавляют 15—20 капель аммиака в избыток, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором азотнокислого свинца до перехода синей окраски раствора в малиновую.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 2 и нагревают до полного растворения. Добавляют азотную кислоту по каплям до исчезновения фиолетовой окраски раствора и три капли в избыток, выпаривают до появления белых патротов серной кислоты и продолжают нагревание в течение 2 мин.

После охлаждения до комнатной температуры к раствору приливают 50 см<sup>3</sup> воды и кипятят 1—2 мин.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

4.2. Аликвотную часть раствора 50 см<sup>3</sup> переносят в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты и нейтрализуют аммиаком до слабого запаха, добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксимиа, аммиак до резкого запаха и выдерживают 20 мин при температуре 50—60°C.

4.3. Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают 10—12 раз горячей водой, растворяют на фильтре в 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, а фильтр промывают горячей водой (до красной окраски бумаги конго, помещенной на край фильтра), собирая промывные воды в ту же колбу.

4.4. Если в сплаве присутствует медь, то операцию осаждения повторяют, добавляя аммиак до резкого запаха, 80 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксимиа, выдерживают 20 мин при температуре 50—60°C и продолжают по п. 4.3.

4.5. В раствор приливают трилон Б в соответствии с таблицей и выдерживают 20 мин при комнатной температуре.

Массовая доля никеля, %	Объем раствора трилона Б, см <sup>3</sup>
От 40,0 до 50,0 включ	20
Св 50,0 > 60,0 >	25

К раствору приливают аммиак до перехода синей окраски бумаги конго в красную, 15—20 капель в избыток, добавляют 1 см<sup>3</sup> индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором азотнокислого свинца до резкого изменения синей окраски раствора в малиновую.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю никеля ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot T}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $V_1$  — объем раствора трилона Б, используемый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора азотнокислого свинца, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

*T* — установленная массовая концентрация раствора трилона Б по никелю, г/см<sup>3</sup>;

*K* — соотношение между растворами трилона Б и азотнокислого свинца;

*m* — масса пробы в аликовтной части раствора, г.

5.2. Абсолютное допускаемое расхождение не должно превышать: результатов параллельных определений — 0,3%; результатов анализа — 0,4%.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

### РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; В. А. Мошкин, канд. техн. наук;  
Г. И. Фридман, канд. техн. наук; Л. А. Тенякова; А. И. Королева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 5.05.91 № 626

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. Периодичность проверки — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 849—70	3
ГОСТ 3118—77	3
ГОСТ 3652—69	3
ГОСТ 3760—79	3
ГОСТ 4204—77	3
ГОСТ 4236—77	3
ГОСТ 4461—77	3
ГОСТ 5456—79	3
ГОСТ 10652—73	3
ГОСТ 18300—87	3
ГОСТ 25086—87	1.1
ГУ 6 09-1678—86	3

Редактор И. В. Виноградская  
Технический редактор В. Н. Малькова  
Корректор И. Л. Асауленко

Сдано в наб. 06 06 91 Подп. к печ. 29 08 91 7,75 усл. п. л. 7,88 усл. кр.-отт 7,33 уч. изд. л.  
Тираж 5000 экз Цена 2 р 90 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер. 3  
Тип «Московский печатник». Москва, Лялин пер. 6. Зак. 404