

СПЛАВ ТИТАН-НИКЕЛЬ**Метод определения никеля**

Titanium-nickel alloy.
Method for the determination of nickel

ГОСТ**19863.16—91**

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 диметилглиоксимом 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/см³, раствор 1 : 1.

Издание официальное

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

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм³.
Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 1 : 1.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 500 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Диметилглиоксим, раствор 5 г/дм³: 5 г диметилглиоксима растворяют в 1000 см³ этилового спирта.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Индикатор кислотный хром темно-синий: 0,1 г реагента помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ воды и растворяют при слабом нагревании. После полного растворения раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Индикатор конго красный: 0,1 г реагента растворяют в 100 см³ воды при слабом нагревании.

Индикаторная бумага конго: фильтры средней плотности («белая лента») пропитывают раствором конго, высушивают в сушильном шкафу при температуре $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$, нарезают и хранят в боксе. 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/дм³: 9,31 г трилона Б растворяют в 200 см³ воды, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: 8,28 г азотнокислого свинца растворяют в 30 см³ раствора азотной кислоты и упаривают досуха. К сухому остатку приливают 100 см³ воды и нагревают до растворения солей, охлаждают до комнатной температуры и фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Никель по ГОСТ 849 марки Н22.

Стандартный раствор никеля

1 г никеля помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ раствора азотной кислоты и растворяют при нагревании. После полного растворения никеля приливают 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 1 и выпаривают до появления белых паров серной кислоты. После охлаждения до комнатной температуры к раствору осторожно приливают 100 см³ воды и кипятят 2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г никеля.

Для установления массовой концентрации трилона Б по никелю (T) в три конические колбы вместимостью по 250 см³ помещают аликвотную часть стандартного раствора никеля по 10 см³, приливают 30 см³ раствора соляной кислоты, 70 см³ воды, 20 см³ раствора трилона Б. Раствор нейтрализуют аммиаком до изменения окраски бумаги конго из синей в красную, 15—20 капель аммиака добавляют в избыток, приливают 1 см³ 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/см³, вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация стандартного раствора никеля, г/см³;

V — объем стандартного раствора никеля, используемый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, используемый для титрования, см³;

V_2 — объем раствора азотнокислого свинца, израсходованный на титрование, см³;

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 см³ помещают 10 см³ раствора трилона Б, приливают 30 см³ раствора соляной кислоты, 70 см³ воды. Раствор нейтрализуют аммиаком до изменения окраски бумаги конго из синей в красную, добавляют 15—20 капель аммиака в избыток, приливают 1 см³ 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 см³, приливают 40 см³ 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 паров серной кислоты и продолжают нагревание в течение 2 мин.

После охлаждения до комнатной температуры к раствору приливают 50 см³ воды и кипятят 1—2 мин.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4.2. Аликвотную часть раствора 50 см³ переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 15 см³ раствора лимонной кислоты и нейтрализуют аммиаком до слабого запаха, добавляют 100 см³ раствора диметилглиоксима, аммиак до резкого запаха и выдерживают 20 мин при температуре 50—60°С.

4.3. Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают 10—12 раз горячей водой, растворяют на фильтре в 30 см³ 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 см³ раствора диметилглиоксима, выдерживают 20 мин при температуре 50—60°С 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 ³
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 см³ 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, см³;

V_2 — объем раствора азотнокислого свинца, израсходованный на титрование, см³;

T — установленная массовая концентрация раствора трилона Б по никелю, г/см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и азотнокислого свинца;

m — масса пробы в аликвотной 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
ТУ 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