УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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°С с ценой деления 1°С.

Фильтры беззольные по ТУ 6-09-1678.

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

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

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±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/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

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

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, см³
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

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

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/см^3;

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
ГУ 6 09-1678—86	3

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

gost.e-ecolog.ru

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