

**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 комплексометрический 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 диметилглиоксима та 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 СССР

Гидроксиламина 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 ректификованный технический по ГОСТ 18300.  
Диметилглиоксим, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>: 5 г диметилглиоксима 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  $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ , нарезают и хранят в бюксе. Бумага пригодна к применению в течение одного месяца.

Соль динатриевая этилендиамина — 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 Н22.

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 аликвотную 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 паров серной кислоты и продолжают нагревание в течение 2 мин.