



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**  
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

**ГОСТ 6689.2—92**

Издание официальное



13 р. 50 к. БЗ 5—92/627

ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ****Методы определения никеля**

Nickel, nickel and copper-nickel alloys.  
Methods for the determination of nickel

**ГОСТ**  
**6689.2—92**

ОКСТУ 1 709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический, титриметрический методы определения никеля (при массовой доле никеля свыше 0,5%) и атомно-абсорбционный метод определения никеля (при массовой доле никеля от 0,5 до 7%) в никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

**2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на осаждении никеля в аммиачном растворе диметилглиоксимом в виде малорастворимого внутрикислотно-го соединения в присутствии лимонной или винной кислоты.

**2.2. Реактивы и растворы**

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 3:1 и 1:10.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4 и 1:100.

Смесь кислот для растворения: смешивают одну часть концентрированной азотной кислоты с тремя частями концентрированной соляной кислоты.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

### 4.3.3. Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора никеля, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 мг никеля. Во все колбы добавляют по 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию никеля, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю никеля ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где  $C$  — концентрация никеля, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля никеля, %	Допускаемые расхождения, %	
	$d$	$D$
От 0,5 до 1,0 включ.	0,04	0,06
Св. 1,0 > 2,0 >	0,05	0,07
> 2,0 > 4,0 >	0,10	0,1
> 4,0 > 7,0 >	0,15	0,2

4.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИВ. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова,  
Л. В. Морейская, И. А. Воробьева2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92  
№ 167

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.2—80

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-  
ТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2.4.3; 3.4.3; 4.4.3
ГОСТ 199—78	2.2; 3.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 849—70	3.2; 4.2
ГОСТ 1277—75	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3652—69	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2
ГОСТ 3773—72	3.2
ГОСТ 4197—74	2.2; 3.2
ГОСТ 4304—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4523—77	3.2
ГОСТ 5817—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5828—77	2.2; 3.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1; 2.3.3; 2.3.4; 2.3.5
ГОСТ 6689.3—92	2.3.1
ГОСТ 6689.7—92	2.3.2
ГОСТ 6689.11—92	2.3.1
ГОСТ 10484—78	2.2; 4.2
ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 10929—76	3.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 20478—75	2.2; 3.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1; 2.4.3; 3.4.3; 4.4.3

Редактор И. В. Виноградская

Слано в наб. 26.06.92. Подп. в печ. 20.08.92 Усл. п. л. 0,75, кр. отт. 0,75. Уч.-изд. л. 0,78.  
Тир. 795 экз.Ордена «Знак Почета». Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1311

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>;

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:100.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 и разбавленный 1:3.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Для сплавов, содержащих менее 0,5% меди, кроме сплава хромель

Навеску массой 1г помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> добавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, раствор помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки. Если в сплаве содержится вольфрам, то раствор выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и разбавляют 100 см<sup>3</sup> горячей воды. Выделившуюся вольфрамовую кислоту отфильтровывают на два бумажных фильтра средней плотности и промывают горячим раствором соляной кислоты (1:10) до исчезновения ионов никеля в промывных водах (проба с диметилглиоксимом по ГОСТ 6689.3, п. 3.1.1). Осадок вольфрамовой кислоты на фильтре можно использовать для определения содержания вольфрама по ГОСТ 6689.11.

При массовой доле в сплаве свыше 0,1% кремния в раствор добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до обильного выделения белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку осторожно добавляют небольшое количество (около 10 см<sup>3</sup>) холодной воды и затем вливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и растворяют при нагревании.

Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают горячей водой и выбрасывают.

Фильтрат после отделения вольфрама или кремния помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

В стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора, равную 10 см<sup>3</sup>, и разбавляют водой до 300 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают до 65—70°C, прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора лимонной или винной кислоты, нейтрализуют аммиаком до слабокислой реакции (рН 4—5) по универсальной индикаторной бумаге и при

хорошем перемешивании добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима и 2—3 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака до слабощелочной среды. Раствор с осадком выдерживают в теплом месте 40—50 мин и затем отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и 4—5 раз промывают горячей водой. Осадок на фильтре растворяют в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (3:1), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают горячей водой и раствор в стакане разбавляют горячей водой до 300 см<sup>3</sup>. Осаждение никеля повторяют, прибавляя 5 см<sup>3</sup> раствора лимонной или винной кислоты, 25 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима и аммиак до слабощелочной среды. Раствор с осадком выдерживают в теплом месте 40—60 мин (можно оставить на 12 ч). Осадок отфильтровывают на предварительно взвешенный фильтрующий тигель № 3 при отсасывании водоструйным насосом. Осадок промывают 5—7 раз горячей водой и два раза этиловым спиртом (1:3). Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы и взвешивают.

### 2.3.2. Для сплава хромель

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Охлажденный осадок растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при нагревании.

Выделившийся осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 5—7 раз горячей серной кислотой (1:100). Осадок выбрасывают или используют для определения кремния по ГОСТ 6689.7.

Фильтрат разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup> и нагревают до 65—70°C. К нагретому раствору прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 10 см<sup>3</sup> раствора надсернического аммония и кипятят 15—20 мин до полного разрушения избытка надсернического аммония, что узнают по прекращению выделения пузырьков кислорода. Если в пробе присутствует марганец, то его восстанавливают, прибавляя по каплям раствор азотистокислого натрия. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. В стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть, равную 20 см<sup>3</sup>, и далее ведут анализ, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. Для сплавов, содержащих свыше 0,5% меди (кроме сплавов МНЖКТ 5—1—0,2—0,2, нейзильбер и манганин)

Навеску сплава (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), накрывают ча-

совым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см <sup>3</sup>
Менее 1	2	Весь раствор
Св. 1 до 10 включ	1	200
> 10 > 20 >	1	100
> 20 > 40 >	1	50
> 40	1	20

После растворения сплава стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 7 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup> и выделяют медь электролизом по ГОСТ 6689.1.

При массовой доле никеля менее 1% используется весь электролит, а при большем содержании никеля электролит переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой. В стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора (табл. 1) и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

#### 2.3.4. Для сплава МНЖКТ 5—1—0,2—0,2

Навеску массой 1 г помещают в платиновую чашку, приливают 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, накрывают чашку крышкой из платины или фторопласта и растворяют при нагревании. Охлаждают, прибавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 30—50 см<sup>3</sup> воды и растворяют при нагревании. Раствор переносят в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, разбавляют до 150 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> прокипяченной азотной кислоты (1:1) и выделяют медь электролизом по ГОСТ 6689.1.

В электролит после отделения меди добавляют аммиак до полного перехода никеля в растворимый аммиачный комплекс и выдерживают в теплом месте для коагуляции осадка гидроокисей железа и титана. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают осадок и стакан раствором аммиака (1:100). Осадок выбрасывают. Фильтрат подкисляют соляной кислотой до слабокислой реакции (рН 4—5), переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой. В стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора (табл. 1) и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

#### 2.3.5. Для сплавов нейзильбер и манганин

Навеску сплава (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании.

После растворения сплава стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 7 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup> и отделяют медь электролизом по ГОСТ 6689.1.

При анализе свинцовистого нейзильбера серную кислоту добавляют только спустя 30 мин после начала электролиза.

После отделения меди электролит помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> или в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, отбирают аликвотную часть (см. табл. 1) и разбавляют водой до 300 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают до 65—70°C, добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима при перемешивании и раствор уксуснокислого натрия до появления осадка, после чего еще избыток 4 см<sup>3</sup>. Раствор уксуснокислого натрия добавляют в середину раствора, а не только по стенкам стакана. Раствор выдерживают в теплом месте 40—60 мин и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

#### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,2032 \cdot 100}{m}$$

где  $m_1$  — масса осадка диметилглиоксима никеля, г;  
 0,2032 — коэффициент пересчета диметилглиоксима никеля на никель;  
 $m$  — масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Допускаемые расхождения, %	
	$d$	$D$
От 0,5 до 1,0 включ.	0,04	0,06
Св. 1,0 » 3,0 »	0,05	0,07
» 3,0 » 5,0 »	0,06	0,08
» 5,0 » 7,0 »	0,08	0,1
» 7,0 » 9,0 »	0,10	0,1
» 9,0 » 11,0 »	0,12	0,2
» 11,0 » 18,0 »	0,15	0,2
» 18,0 » 35,0 »	0,2	0,3
» 35,0 » 55,0 »	0,3	0,4
» 55,0 » 75,0 »	0,4	0,6



2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим методом в соответствии с ГОСТ 25086.

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении никеля в аммиачном растворе диметилглиоксимом в виде малорастворимого внутрикомплексного соединения в присутствии лимонной или винной кислоты и определении никеля комплексонометрическим титрованием с эриохром черным Т в качестве индикатора.

#### 3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммоний надсерниокислый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

Метиловый красный индикатор 0,1%-ный спиртовой раствор.

Эриохром черный Т, насыщенный водный раствор.

Буферный раствор с рН 10: к 570 см<sup>3</sup> аммиака добавляют 70 г хлористого аммония и разбавляют до 1 дм<sup>3</sup> водой.

Магний серниокислый по ГОСТ 4523, 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствор: 12,33 г серниокислого магния растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, раствор переводят в мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652; 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствор: 18,612 г трилона Б растворяют в 500 см<sup>3</sup>, раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Стандартный раствор никеля: 1 г никеля растворяют в стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и 10 см<sup>3</sup>

перекиси водорода, добавленной небольшими порциями. После растворения раствор кипятят 1 мин для разложения избытка перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

### 3.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б

В стакан или колбу вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора никеля, разбавляют водой до объема 300 см<sup>3</sup> и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Массовая концентрация раствора трилона Б ( $T$ ), выраженная в граммах никеля на 1 см<sup>3</sup> раствора, вычисляется по формуле

$$T = \frac{m}{V - V_1 \cdot K},$$

где  $m$  — масса никеля в аликвотной части, взятой для титрования, г;

$V$  — объем раствора трилона Б, массовая концентрация которого устанавливается, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора сернокислого магния, израсходованный на титрование трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — поправочный коэффициент к массовой концентрации раствора трилона Б.

### 3.2.2. Установка поправочного коэффициента к массовой концентрации раствора трилона Б ( $K$ )

В стакан или колбу вместимостью 600 см<sup>3</sup> отбирают из бюретки 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, добавляют 1 каплю раствора гидроокиси натрия, 7 см<sup>3</sup> буферного раствора, разбавляют водой до объема 300 см<sup>3</sup> и затем добавляют 4—5 капель раствора эриохрома черного  $T$  и титруют раствором сернокислого магния до перехода сине-зеленой окраски в сиреневую.

Поправочный коэффициент ( $K$ ) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_2}{V_3},$$

где  $V_2$  — объем раствора трилона Б, взятый на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора сернокислого магния, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

## 3.3. Проведение анализа

### 3.3.1. Для сплавов с массовой долей меди менее 0,5%, кроме сплава хромель

Подготовку к анализу проводят по п. 2.3.1. В стакан или колбу вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора, равную 10 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 300 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора лимонной или винной кислоты, нейтрализуют аммиаком до pH 4—5 по универсальной индикаторной бумаге и при интенсивном перемешивании раствора добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора ди-

метилглиоксима и 2—3 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака до слабощелочной среды (рН 10) и 2—3 капли в избыток. Раствор с осадком выдерживают в теплом месте 40—50 мин, затем отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и 4—5 раз промывают горячей водой. Промытый осадок смывают с фильтра струей горячей воды в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают сначала 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, а затем горячей водой.

Раствор нагревают до кипения и слабо кипятят при помешивании до полного растворения осадка. Охлаждают раствор до комнатной температуры, разбавляют водой до 300 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, нейтрализуют раствором гидроксида натрия по метиловому красному (2—3 капли) до перехода розовой окраски в желтую. Приливают из бюретки 7 см<sup>3</sup> буферного раствора, 5 капель раствора эриохрома черного Т и титруют раствором сернистого магния до перехода сине-зеленой окраски в сиреневую.

### 3.3.2. Для сплава хромель

Подготовку к анализу проводят по п. 2.3.2. В стакан или колбу вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть, равную 20 см<sup>3</sup>, и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. Для сплавов с массовой долей меди свыше 0,5% (кроме сплавов МНЖКТ 5—1—0,2—0,2, нейзильбер и манганин)

Подготовку к анализу проводят по п. 2.3.3. В стакан или колбу вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть (см. табл. 1) и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

### 3.3.4. Для сплавов МНЖТК 5—1—0,2—0,2

Подготовку к анализу проводят по п. 2.3.4. В стакан или колбу вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора (см. табл. 1) и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

### 3.3.5. Для сплавов нейзильбер и манганин

Подготовку к анализу проводят по п. 2.3.5. В стакан или колбу вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть (см. табл. 1) и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

## 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю никеля ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_4 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m_1},$$

где  $V_2$  — объем раствора трилона Б, взятый на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_4$  — объем раствора сернистого магния, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — поправочный коэффициент (п. 3.2.2);

$T$  — массовая концентрация раствора трилона Б (п. 3.2.1) по никелю, г/см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) никеля и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов полученных гравиметрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

#### 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

##### 4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами никеля, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух:

##### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для никеля.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартный раствор никеля: 1 г никеля растворяют при нагревании в 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

##### 4.3. Проведение анализа

###### 4.3.1. Для сплавов, не содержащих кремния и титана

Навеску сплава массой 0,1 г растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию никеля в пламени ацетилен-воздух при длине волны 341,5 нм параллельно с градуировочными растворами.

###### 4.3.2. Для сплавов, содержащих кремний и титан

Навеску сплава массой 0,1 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию никеля, как указано в п. 4.3.1.