

СПЛАВЫ АЛЮМИННЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И  
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения никеля

ГОСТ

11739.16—90

Aluminium casting and wrought alloys.  
Methods for determination of nickel

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический (при массовой доле никеля от 0,5 до 8%), фотометрический (при массовой доле никеля от 0,005 до 3,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле никеля от 0,005 до 8%) методы определения никеля.

## 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. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот с последующим осаждением никеля диметилглиоксимом из аммиачного раствора, содержащего виннокислый аммоний, и взвешивании прокаленного осадка.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

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

481-95  
23



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

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Метиловый красный, раствор 1 г/дм<sup>3</sup> в этиловом спирте.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим, раствор 5 г/дм<sup>3</sup> в этиловом спирте.

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  $(110 \pm 5)$  °С, нарезают и хранят в бумажке. Бумага пригодна к применению в течение одного месяца.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и нагревают до полного растворения.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Масса навески пробы, г
От 0,5 до 2,0 включ.	1
Св 2,0 » 8,0 »	0,5

Затем раствор кипятят в течение 3—5 мин для удаления окислов азота, приливают 150 см<sup>3</sup> воды, 40 см<sup>3</sup> винной кислоты и аммиак до голубой окраски раствора. В полученный раствор приливают по каплям раствор соляной кислоты до исчезновения голубой окраски, нагревают до температуры  $(70 \pm 2)$  °С, приливают при постоянном помешивании раствор диметилглиоксима из расчета 20 см<sup>3</sup> на 1‰ никеля в пробе, две-три капли метилового красного, аммиак до появления желтой окраски и избыток 2 см<sup>3</sup>. Раствор с выпавшим осадком нагревают до температуры  $(70 \pm 2)$  °С и выдерживают в течение 30 мин при температуре 60—70 °С.

2.3.2. Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента») и промывают 6—8 раз горячей водой. Осадок на фильтре растворяют в 30 см<sup>3</sup> раствора горячей соляной кислоты, а фильтр промывают горячей водой (до красной окраски бумаги конго, помещенной на край фильтра), собирая промывные воды в ту же колбу.

В полученный раствор добавляют аммиак до появления голубой окраски, диметилглиоксим из расчета 5 см<sup>3</sup> на 1‰ никеля

в пробе и переосаждают никель. Раствор с выпавшим осадком нагревают до температуры  $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ , выдерживают в течение 30 мин при температуре  $60\text{—}70^\circ\text{C}$ , фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают 6—8 раз горячей водой.

2.3.3. Фильтр с осадком помещают в доведенный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, подсушивают, осторожно озоляют, не давая воспламениться бумаге фильтра, прокаливают в муфельной печи при  $600\text{—}650^\circ\text{C}$  в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

#### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,7858}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $m_1$  — масса тигля с осадком, г;

$m_2$  — масса тигля, г;

$m$  — масса навески пробы, г;

0,7858 — коэффициент пересчета оксида никеля на никель.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,00 включ.	0,06	0,06
Св. 1,00 » 2,00 »	0,06	0,08
» 2,00 » 4,00 »	0,08	0,10
» 4,0 » 8,0 »	0,2	0,3

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте или гидроокиси натрия, маскировании алюминия винной кислотой, марганца — солянокислым гидроксиламином, отделении меди серноватистокислым натрием, образовании соединения никеля с диметилглиноксимом, экстракции его хлороформом, реэкстракции никеля соляной кислотой, образовании в слабоаммиачной среде комплексного соединения никеля с диметилглиноксимом в присутствии окислителя и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 445 нм.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

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

Натрий серноватистоокислый по ГОСТ 27068, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, растворы 400 г/дм<sup>3</sup>, 200 г/дм<sup>3</sup> и 20 г/дм<sup>3</sup>. Растворы готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

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

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 300 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> в этиловом спирте.

Бром по ГОСТ 4109.

Бромная вода, насыщенный раствор: 50 г брома помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> с притертой пробкой, приливают 500 см<sup>3</sup> воды и встряхивают 8—10 раз, доливают водой до метки и перемешивают, несколько раз приоткрывая пробку.

Бромированный раствор диметилглиоксима: 0,5 г диметилглиоксима помещают в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 100 см<sup>3</sup> спирта, приливают 1 см<sup>3</sup> серной кислоты и 5 см<sup>3</sup> насыщенной бромной воды.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают спиртом до метки и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:50.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

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 1 мес.

Бумага индикаторная универсальная.

Никель по ГОСТ 849 марки Н22.

Стандартные растворы никеля

Раствор А: 0,1 г никеля помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. После растворения раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г никеля.

Раствор Б: 100 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г никеля.

Адсорбент (мацерированная бумага): 100 г измельченных фильтров («красная лента») помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 300 см<sup>3</sup> горячей воды и перемешивают мешалкой до получения однородной массы.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. При массовой доле кремния менее 1% навеску пробы (табл. 3) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> воды, 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и после прекращения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения навески. Добавляют пять капель азотной кислоты и кипятят в течение 5 мин. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля никеля, %	Масса навески пробы, г	Объем раствора аликвотной части, см <sup>3</sup>
От 0,005 до 0,025 включ.	1	100
Св. 0,025 » 0,10 »	1	25
» 0,1 » 0,5 »	1	10
» 0,5 » 2,0 »	0,5	5
» 2,0 » 3,0 »	0,5	2,5

3.3.2. При массовой доле кремния свыше 1% навеску пробы (табл. 3) помещают в стакан из фторопласта или стеклоуглерода вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 5—7 см<sup>3</sup> воды, если в пробе отсутствует железо, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и при постоянном охлаждении добавляют небольшими порциями 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия 400 г/дм<sup>3</sup>. После прекращения бурной реакции стакан нагревают до полного растворения пробы и при умеренном нагревании, избегая разбрызгивания, упаривают до 15—20 см<sup>3</sup>. Наличие в растворе муты серого цвета свидетельствует о присутствии нерастворившегося кремния. В этом случае нагревание продолжают до получения прозрачного раствора. После охлаждения в стакан осторожно приливают воду до 200 см<sup>3</sup> и нагревают до растворения солей.

Раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») с адсорбентом. Осадок на фильтре промывают 6 раз горячим раствором гидроксида натрия 20 г/дм<sup>3</sup>, 6—8 раз горячей водой и растворяют в 40 см<sup>3</sup> горячего раствора соляной кислоты

(1:1) над колбой вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Если проба содержит более 0,5% марганца, то осадок растворяют в смеси, содержащей 40 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и 0,1 см<sup>3</sup> раствора азотистокислого натрия. Раствор перед употреблением нагревают до 70–80 °С. Фильтр промывают 10–12 раз горячей водой, собирая промывные воды в ту же колбу.

Фильтрат и промывные воды после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.3. Аликвотную часть раствора (табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксиламина и раствор гидроксида натрия 200 г/дм<sup>3</sup> до изменения окрашивания бумаги конго в сине-сиреневый цвет, при этом рН 4,5 (контролируют рН-метром).

Приливают 10 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия и через 3 мин устанавливают значение рН до 6,5 раствором гидроксида натрия 200 г/дм<sup>3</sup>, используя рН-метр (допускается предварительное применение универсальной индикаторной бумаги).

Раствор переводят в делительную воронку № 1 вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима, 10 см<sup>3</sup> хлороформа и встряхивают в течение 2 мин.

Раствору дают отстояться в течение 30 с и сливают органическую фазу в делительную воронку № 2 вместимостью 100 см<sup>3</sup>, промывая делительную воронку № 1 1 см<sup>3</sup> хлороформа.

Повторные экстракции проводят последовательно с 10 см<sup>3</sup> и 5 см<sup>3</sup> хлороформа в течение 30 с и после отстаивания в течение 30 с сливают хлороформный слой в делительную воронку № 2, промывая делительную воронку № 1 1 см<sup>3</sup> хлороформа, водную фазу отбрасывают.

Объединенные экстракты в делительной воронке № 2 промывают 25 см<sup>3</sup> раствора аммиака, встряхивая в течение 30 с.

Органическую фазу после отстаивания в течение 30 с сливают в делительную воронку № 3 вместимостью 100 см<sup>3</sup>, водную фазу отбрасывают.

3.3.4. К органической фазе в делительной воронке № 3 приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup> и встряхивают в течение 30 с. После отстаивания в течение 30 с органическую фазу сливают в делительную воронку № 4 вместимостью 100 см<sup>3</sup>, промывая раствор в делительной воронке № 3 1 см<sup>3</sup> хлороформа.

Операцию реэкстракции в делительной воронке № 3 повторяют 3 раза с 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, промывая раствор 1 см<sup>3</sup> хлороформа.

Солянокислые растворы объединяют в делительной воронке № 4, органическую фазу отбрасывают.

Раствор в делительной воронке № 4 промывают 2 раза хлороформом порциями по 5 см<sup>3</sup>, встряхивая в течение 30 с. После отстаивания хлороформный слой отбрасывают.

Водную фазу переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), нагревают до 35—40 °С, добавляют бромную воду до появления оранжевой окраски (приблизительно 1 см<sup>3</sup>) и в избыток 0,5 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, приливают раствор аммиака до исчезновения оранжевой окраски и в избыток 1 см<sup>3</sup>.

К охлажденному раствору приливают 1 см<sup>3</sup> раствора бромированного диметилглиоксима, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.5. Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин, но не позднее чем через 30 мин при длине волны 445 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по п. 3.3.1 или 3.3.2 со всеми используемыми в анализе реактивами.

3.3.6. Массовую долю никеля рассчитывают по градуировочному графику.

#### 3.3.7. Построение градуировочного графика

В десять из одиннадцати стаканов вместимостью по 250 см<sup>3</sup> отмеряют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0; 18,0; 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,0001; 0,00012; 0,00014; 0,00016; 0,00018; 0,0002 г никеля, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксилamina и далее поступают по пп. 3.3.3; 3.3.4 и 3.3.5.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен никель.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам никеля строят градуировочный график.

### 3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $m$  — масса никеля в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески в аликвотной части раствора пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля никеля, %	Абсолютное допустимое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,005 до 0,010 включ.	0,001	0,002
Св. 0,010 » 0,025 »	0,003	0,004
» 0,025 » 0,050 »	0,004	0,005
» 0,050 » 0,100 »	0,005	0,008
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,06
» 1,00 » 2,00 »	0,06	0,08
» 2,00 » 3,00 »	0,10	0,15

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

##### 4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции никеля в пламени ацетилен-воздух при длине волны 232,0 нм для массовой доли никеля от 0,005 до 1,0% и 352,4 нм — для массовой доли никеля от 1,0 до 8,0%.

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

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для никеля.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 1:99.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм<sup>3</sup>: 10 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды, затем небольшими порциями 300 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Никель по ГОСТ 849 марки Н22.

Стандартные растворы никеля

Раствор А: 1 г никеля помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. После полного растворения навески раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мер-



ную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,002 г никеля.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0002 г никеля.

Раствор В: 5 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,0001 г никеля.

### 4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают приблизительно 10 см<sup>3</sup> воды и затем небольшими порциями 25 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1). Колбу накрывают часовым стеклом, нагревают до полного растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3 мин.

Часовое стекло и стенки колбы ополаскивают водой. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> для массовой доли никеля от 0,01 до 0,1 % или 250 см<sup>3</sup> для массовой доли никеля свыше 0,1 до 8,0 %.

4.3.2. При массовой доле кремния менее 1% раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

4.3.3. При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п. 4.3.1 раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> для массовой доли никеля от 0,01 до 0,1 % или 250 см<sup>3</sup> для массовой доли никеля свыше 0,1 до 8,0%. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты (1:99) порциями по 10 см<sup>3</sup> (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озольют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3 мин. После охлаждения к содержимому тигля добавляют четыре капли серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора.

Далее раствор упаривают досуха и после охлаждения остаток смачивают 2—3 см<sup>3</sup> воды и растворяют в 2—3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании.

Раствор присоединяют к основному фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> для массовой доли никеля от 0,01 до 0,1 % или 250 см<sup>3</sup> для массовой доли никеля свыше 0,1 до 8,0%, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 4.3.1, 4.3.2 и 4.3.3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

#### 4.3.5. Построение градуировочных графиков

4.3.5.1. При массовой доле никеля от 0,005 до 0,1% в семь мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,5; 2,5; 3,5; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,00015; 0,00025; 0,00035; 0,0005 г никеля.

4.3.5.2. При массовой доле никеля свыше 0,1 до 1,0% в шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора алюминия, по 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002 г никеля.

4.3.5.3. При массовой доле никеля свыше 1,0 до 8,0% в шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора алюминия, по 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и в пять из них отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 0,002; 0,004; 0,008; 0,012; 0,016 г никеля.

4.3.5.4. Растворы в колбах по пп. 4.3.5.1, 4.3.5.2, 4.3.5.3 доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.6. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию никеля при длине волны 232,0 нм для массовой доли никеля от 0,005 до 1,0% или 352,4 нм — для массовой доли никеля свыше 1,0 до 8,0%.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям никеля строят градуировочный график.

Массовую концентрацию никеля в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

#### 4.4. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $C_1$  — массовая концентрация никеля в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация никеля в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески пробы или масса навески в соответствующей аликвотной части пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 5.

Массовая доля никеля, %				Абсолютное допустимое расхождение, %		
				результатов параллельных определений	результатов анализа	
От	0,005	до	0,010	включ.	0,002	0,003
Св.	0,010	»	0,025	»	0,003	0,005
»	0,025	»	0,050	»	0,005	0,007
»	0,050	»	0,100	»	0,010	0,015
»	0,10	»	0,25	»	0,02	0,03
»	0,25	»	0,50	»	0,05	0,08
»	0,50	»	1,00	»	0,08	0,10
»	1,00	»	2,00	»	0,10	0,15
»	2,00	»	4,00	»	0,15	0,20
»	4,0	»	8,0	»	0,2	0,3

## 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; М. Н. Гордова, канд. хим. наук; О. Л. Скорская, канд. хим. наук; А. И. Королева

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1962

## 3. ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ — 5 лет

## 4. СТАНДАРТ СООТВЕТСТВУЕТ ИСО 3979 для алюминиевых деформируемых сплавов, в части сущности метода, методики экстракции и рекстракции раствора, измерения оптической плотности раствора и обработки результатов; ИСО 3981 для алюминиевых деформируемых сплавов, в части сущности метода, обработки результатов

## 5. ВЗАМЕН ГОСТ 11739.16—78

## 6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 849—70	3.2; 4.2	ГОСТ 5817—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2; 4.2	ГОСТ 5828—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2	ГОСТ 10484—78	4.2
ГОСТ 4109—79	3.2	ГОСТ 10929—76	4.2
ГОСТ 4147—74	3.2	ГОСТ 11069—74	4.2
ГОСТ 4197—74	3.2	ГОСТ 18300—87	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2; 4.2	ГОСТ 20015—74	3.2
ГОСТ 4328—77	3.2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2; 4.2	ГОСТ 27068—86	3.2
ГОСТ 5457—75	1.2		