



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР**

---

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ**

**ГОСТ 6689.8—92**

**Издание официальное**

**14 р. 50 к. БЗ 5—92/633**

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ**

**Москва**

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО  
НИКЕЛЕВЫЕ**

Методы определения алюминия

**ГОСТ  
6689.8—92**Nickel, nickel and copper-nickel alloys.  
Methods for the determination of aluminium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 1 до 3,5 %), фотометрический метод (при массовой доле алюминия от 0,005 до 0,5 %) и атомно-абсорбционный метод (при массовой доле алюминия от 0,01 до 3,5 %) в никеле, 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. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на связывании всех компонентов анализируемого сплава в комплексы раствором трилона Б, титровании избытка трилона Б раствором сульфата меди, разложении комплексоната алюминия фторидом аммония или натрия и последующем определении алюминия титрованием стандартным раствором меди (II) амперметрически или в присутствии индикатора 1 (2-пиридилазо)-2-нафтола.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

pH-метр pH 340 или другой прибор того же класса со всеми принадлежностями.

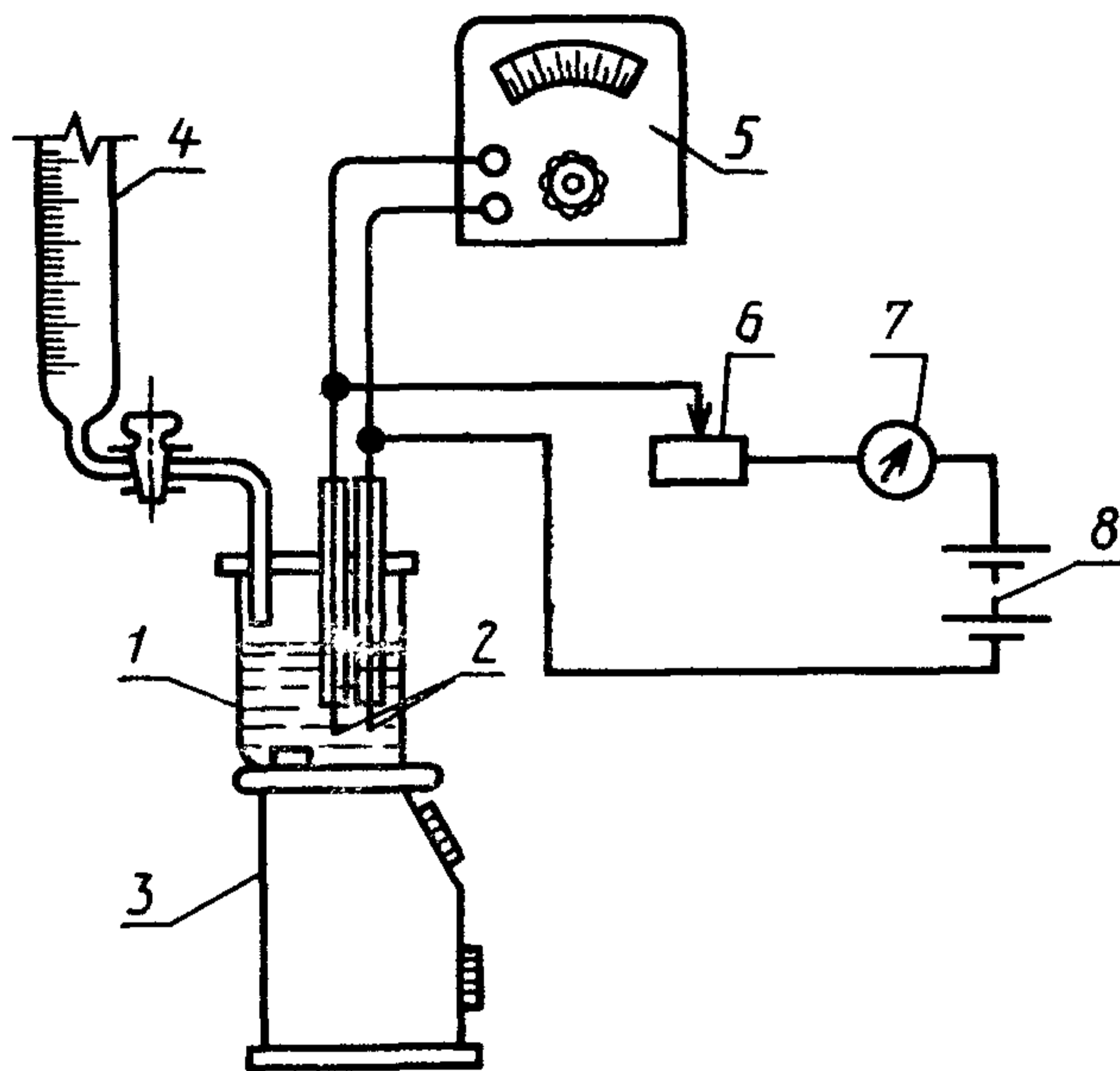
Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Установка для титрования с амперометрической индикацией конечной точки титрования (чертеж) состоит из стакана 1 вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> для анализируемого раствора; двух платиновых индикаторных электродов 2 длиной 20—25 мм и диаметром 0,8—1 мм; магнитной мешалки 3 для перемешивания раствора в процессе титрования; источника заданного тока 8 (аккумулятора или сухой батареи) напряжением 1,8 В; переменного сопротивления 6 на 1 МОм для установления поляризующего тока 2—10 мкА; микроамперметра 7 со шкалой на 25 мкА, последовательно включенного в цепь; потенциометра 5, включенного параллельно в цепь для измерения напряжения на электродах; бюретки 4 вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Цена деления шкалы потенциометра должна быть не менее 5 мВ, что при скачке потенциала в точке эквивалентности обеспечивает отклонение стрелки по шкале прибора не менее чем на 20—25 делений. В качестве потенциометра можно использовать рН-метры рН 340, рН 121 или ЛПМ-60 в режиме милливольтметра.



Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1 и 1 : 5.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Смесь для обновления поверхности электродов: к 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 5) добавляют несколько капель перекиси водорода.

Уротропин.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463.

Этилендиамин — N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, двуводная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН), спиртовой раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

Марганец (II) сернокислый 5-водный по ГОСТ 435, раствор, содержащий 1 мг/дм<sup>3</sup> марганца: 2,75 г соли растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Медь марки М0 и М00 по ГОСТ 859.

Стандартные растворы меди 0,05 и 0,02 моль/дм<sup>3</sup> растворы: 3,177 г (0,05 моль/дм<sup>3</sup>) и 1,2708 г (0,02 моль/дм<sup>3</sup>) меди растворяют в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1), кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, нейтрализуют аммиаком до появления исчезающего осадка, который растворяют добавлением уксусной кислоты и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Алюминий марки А99 или А9 по ГОСТ 11069.

Стандартный раствор алюминия: 1 г алюминия растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

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

*2.2.1. Установка массовой концентрации стандартного раствора 0,02 моль/дм<sup>3</sup> меди*

*2.2.1.1. С визуальной индикацией конечной точки титрования*

10 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 50—60 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором аммиака до образования исчезающего осадка, который растворяют добавлением соляной кислоты, после чего прибавляют еще две капли кислоты. Добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 100—150 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают раствор до кипения. В горячий раствор приливают 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония, 0,5 см<sup>3</sup> раствора ПАН и титруют горячий раствор стандартным раствором 0,05 моль/дм<sup>3</sup> меди до перехода оранжевой окраски раствора в синюю. Добавляют 1 г фтористого натрия или аммония, кипятят 5 мин и титруют стандартным раствором 0,02 моль/дм<sup>3</sup> меди до перехода зеленой окраски раствора в синюю.

### 2.2.1.2. С амперометрической индикацией конечной точки титрования

10 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> раствора сернокислого марганца и 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б.

Устанавливают рН раствора 6,0—6,2 по рН-метру, добавляя небольшими порциями уротропин и кипятят раствор 5 мин. После охлаждения устанавливают стакан на магнитную мешалку и погружают в раствор платиновые электроды. С помощью переменного сопротивления устанавливают в цепи ток 2—10 мкА, включают потенциометр и устанавливают стрелку на шкале потенциометра приблизительно на середине шкалы. Оттитровывают избыток трилона Б стандартным раствором меди при перемешивании раствора. Титрант подают в стакан приблизительно со скоростью 1 см<sup>3</sup>/мин. К концу титрования стандартный раствор меди добавляют по каплям. Титрование считают законченным, если от добавления одной капли раствора меди стрелка потенциометра отклонится не менее чем на 20 делений шкалы (100 мВ).

Добавляют 1 г фторида натрия или аммония, устанавливают рН 6,0—6,2 (по рН-метру) добавлением нескольких капель азотной кислоты (1 : 1) или уротропина и кипятят раствор 5 мин. После охлаждения раствор потенциометрически титруют стандартным раствором меди, как описано выше.

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

$$T = \frac{0,01}{V},$$

где 0,01 — масса алюминия, соответствующая аликвотной части, взятая для титрования, г;

$V$  — объем стандартного раствора меди, израсходованный на второе титрование, см<sup>3</sup>.

## 2.3. Проведение анализа

### 2.3.1. Для сплава кунцаль

#### 2.3.1.1. Определение с визуальной индикацией конечной точки титрования

Навеску сплава массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и растворяют при нагревании. После растворения сплава стенки колбы ополаскивают водой и раствор кипятят 1—2 мин для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора мочевины и нейтрализуют раствором аммиака до образования не исчезающего осадка, который растворяют добавлением соляной кислоты. После чего прибавляют еще две капли кислоты, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 100 см<sup>3</sup> горячей воды и далее анализ ведут, как указано в п. 2.2.1.1.

### 2.3.1.2. *Определение с амперометрической индикацией конечной точки титрования*

Навеску сплава массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и раствор выпаривают до влажного остатка.

Стакан охлаждают, добавляют 20 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> раствора сернокислого марганца, 20 см<sup>3</sup> раствора трилона Б и далее анализ ведут, как указано в п. 2.2.1.2.

### 2.3.2. *Для сплава алюмель*

#### 2.3.2.1. *Определение с визуальной индикацией конечной точки титрования*

Навеску сплава массой 0,25 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 2—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, накрывают крышкой из фторопласта или платины и растворяют при нагревании. После растворения сплава крышку и стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 1) и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Охлажденный остаток растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды при нагревании. Раствор переносят в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и нейтрализуют раствором аммиака до образования не исчезающего осадка, который растворяют добавлением соляной кислоты, после чего прибавляют еще две капли кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.2.1.1.

#### 2.3.2.2. *Определение с амперометрической индикацией конечной точки титрования*

Навеску сплава массой 0,25 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 2—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, чашку накрывают крышкой из фторопласта или платины и растворяют при нагревании. После растворения сплава крышку и стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Охлажденный остаток растворяют в воде при нагревании. Раствор переносят в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.2.

## 2.4. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора меди, израсходованный на второе титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — массовая концентрация раствора меди, выраженная в г/см<sup>3</sup> алюминия;

$m$  — масса навески сплава, 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. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия	Допускаемые расхождения, %	
	$d$	$D$
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,03 »	0,003	0,004
» 0,03 » 0,05 »	0,005	0,007
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,01
» 0,10 » 0,15 »	0,010	0,01
» 0,15 » 0,25 »	0,015	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,025	0,03
От 1,0 » 3,0 »	0,10	0,1
Св. 3,0 »	0,20	0,3

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 атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности комплексного соединения алюминия с эриохромцианином R или хромазуолом S после отделения алюминия соосаждением с гидроокисью железа.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр pH 340 или любой прибор того же класса со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по 4461, разбавленная 1 : 1 и 1 : 50.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1, 1 и 0,1 моль/дм<sup>3</sup> растворы.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1, 1 : 4 и 1 : 5. Смесь кислот, свежеприготовленная: соляная и азотная в соотношении 3 : 1.

Кислота тиогликолевая, разбавленная 1 : 10, свежеприготовленная.

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, свежеприготовленный раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, водный раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205.

Растворы железоаммонийных квасцов.

Раствор А: 10 г железоаммонийных квасцов растворяют при нагревании в 70 см<sup>3</sup> воды с добавлением 1 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Натрий серноватисто-кислый по ГОСТ 4216, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1, 1 : 3, 1 : 50.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 1 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Буферный раствор (рН 6): 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды. Устанавливают рН раствора по рН-метру, добавляя, в случае необходимости, гидроокись натрия или уксусную кислоту.

Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Желатин, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Эриохромцианин R водный раствор 0,7 г/дм<sup>3</sup>: 0,7 г эриохромцианина R растворяют в 2 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты при постоянном перемешивании в течение 2 мин, добавляют 60 см<sup>3</sup> воды, 0,3 г мочевины и выдерживают 24 ч в темном месте. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и хранят в темной склянке.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хромазуrol S, раствор 3 г/дм<sup>3</sup>: 0,3 г хромазуrolа растворяют в 30 см<sup>3</sup> теплой воды (не выше 60 °С), 20 см<sup>3</sup> этилового спирта, отфильтровывают и доливают водой в колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> до метки.

Алюминий по ГОСТ 11069, марки А99 или А9.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

Раствор Б: 2,5 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1) и доливают до метки водой; готовят в день применения.



1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,000005 г алюминия.

### 3.3. Проведение анализа

#### 3.3.1. Для сплава манганин

Навеску сплава массой 0,25 г растворяют в стакане вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> в 8 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1). Раствор разбавляют водой до 150—200 см<sup>3</sup> воды, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора надсернистого аммония, нагревают и кипятят 15—20 мин до полного разложения надсернистого аммония (до полного прекращения выделения пузырьков кислорода). Выпавший осадок двуокиси марганца отфильтровывают на плотный фильтр. Стакан и осадок промывают 6—8 раз водой. Осадок отбрасывают. В фильтрат добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора Б железоммонийных квасцов, 2 г хлористого аммония и осаждают гидроокиси алюминия и железа аммиаком (1 : 1), приливая его небольшими порциями при перемешивании раствора, до перехода меди и никеля в растворимый комплекс и появления слабого запаха аммиака. Раствор с осадком выдерживают 15—20 мин в темном месте, осадок отфильтровывают на неплотный фильтр и промывают стакан и осадок на фильтре раствором хлористого аммония. Промытый осадок смывают с фильтра горячей водой в стакан, в котором производилось осаждение, и растворяют в 5 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты (1 : 1). Фильтр промывают горячей водой. Стакан с раствором нагревают до полного растворения осадка, раствор упаривают до 70—80 см<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

#### 3.3.1.1. Определение с применением эриохромцианина R

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 2 см<sup>3</sup> полученного раствора, добавляют воду до 20 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> раствора тиогликолевой кислоты, вводят по каплям аммиак (1 : 1) до появления окраски тиогликолята железа, затем прибавляют 1 моль/дм<sup>3</sup> раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора и 0,5 см<sup>3</sup> в избыток. Добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора эриохромцианина R, 30 см<sup>3</sup> буферного раствора и доливают до метки водой.

При установке рН раствора по рН-метру аликвотную часть раствора помещают в стакан, добавляют воду до 20 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия, спустя 5—10 мин добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора эриохромцианина R и устанавливают рН 6 по рН-метру аммиаком (1 : 1). Переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> буферного раствора и доливают водой до метки. Спустя 20 мин, измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 см или на спектрофотометре при 535 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

### 3.3.1.2. Определение с применением хромазу-рола S

В стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 2 см<sup>3</sup> полученного раствора и упаривают почти досуха. К остатку добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (0,1 моль/дм<sup>3</sup>) и нагревают до растворения. Затем разбавляют водой до 30 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора тио-мочевины, 3 см<sup>3</sup> раствора тиогликолевой кислоты и устанавливают рН 4 на рН-метре или по универсальной бумажке раствором аммиака (1:3). Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора желатина, 3 см<sup>3</sup> раствора хромазу-рола и раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 40 см<sup>3</sup> буферного раствора, до метки доливают водой и перемешивают.

Через 40—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ( $\lambda_{эф} = 540—560$  нм) или на спектрофотометре при 545 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 2 или 1 см<sup>3</sup>. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

### 3.3.2. Для сплава хромель

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 500—600 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения ополаскивают стекло или пластинку и стенки стакана водой, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты.

После охлаждения приливают 50 см<sup>3</sup> воды и растворяют остаток при нагревании. Добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора Б железоаммонийных квасцов, воду до 150—200 см<sup>3</sup>, нагревают до 60—70 °С, приливают 12 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 20 см<sup>3</sup> раствора надсерно-кислого аммония и кипятят 15—20 мин до разложения надсерно-кислого аммония (до полного прекращения выделения пузырьков кислорода). Раствор охлаждают до 60 °С и прибавляют аммиак до перехода никеля в растворимый аммиачный комплекс и слабого запаха аммиака. Раствор с осадком выдерживают 20—30 мин в теплом месте для коагуляции осадка, осадок отфильтровывают на неплотный фильтр и промывают стакан и фильтр с осадком 5—6 раз раствором хлористого аммония. Промытый осадок смывают с фильтра струей горячей воды в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), а затем 5—6 раз горячей водой. Раствор разбавляют водой до 200 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 20 см<sup>3</sup> раствора надсерно-кислого аммония и кипятят 15—20 мин до полного разложения надсерно-кислого аммония (до полного прекращения выделения пузырьков кислорода). Затем повторяют осаждение гидроокисей алюминия и железа аммиаком.

Промытый осадок смывают с фильтра горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение, и промывают фильтр 5 см<sup>3</sup>

горячей соляной кислоты (1 : 1), а затем 5—6 горячей водой. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

В зависимости от массовой доли алюминия в сплаве отбирают соответствующую аликвотную часть (см. табл. 2) и далее анализ проводят, как указано в пп. 3.3.1.1 и 3.3.1.2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия в сплаве,				Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см <sup>3</sup>	Масса навески, соответствующая аликвотной части, г	
От	0,005	до	0,01	включ.	1	20	0,2
Св.	0,01	»	0,025	»	1	10	0,1
»	0,025	»	0,05	»	0,5	10	0,05
»	0,05	»	0,1	»	0,5	5	0,025
»	0,1	»	0,2	»	0,5	2,0	0,01
»	0,2	»	0,5	»	0,25	2,0	0,005

### 3.3.3. Для сплавов, содержащих вольфрам

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава часовое стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, раствор упаривают до сиропообразного состояния, разбавляют водой до 60 см<sup>3</sup> и выдерживают 30—40 мин в теплом месте для осветления раствора. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр с фильтробумажной массой и промывают 5—6 раз теплой азотной кислотой (1 : 50) и выбрасывают.

В фильтрат добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора Б железоммонийных квасцов, 2 г хлористого аммония и далее поступают, как указано в п. 3.3.1. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 20 см<sup>3</sup> полученного раствора и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.1 или 3.3.1.2.

### 3.3.4. Для остальных сплавов

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1), стакан накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава часовое стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, раствор разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора Б железоммонийных квасцов, 2 г хлористого аммония и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Для фотометрирования в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 20 см<sup>3</sup> полученного раствора и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.1 или 3.3.1.2.

### 3.3.5. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б алюминия, доливают водой до 20—30 см<sup>3</sup> и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.1 или 3.3.1.2.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю алюминия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, 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, приведенных в табл. 1.

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

## 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

### 4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами алюминия, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен — закись азота.

### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для алюминия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор 15 г/дм<sup>3</sup>: 1,5 г хлорного железа растворяют в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1) и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 19.

Калий хлористый по ГОСТ 4237, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Алюминий по ГОСТ 11069.

Стандартный раствор алюминия: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании с 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

Медь по ГОСТ 859.

Раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

Никель по ГОСТ 849.

Раствор никеля: 10 г никеля растворяют при нагревании в 80 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

#### 4.3. Проведение анализа

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

Для сплавов с массовой долей алюминия менее 0,1 % навеску массой, приведенной в табл. 3, помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1). После растворения раствор разбавляют водой до объема 200 см<sup>3</sup>, добавляют 3—4 г хлористого аммония и 5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа (если массовая доля железа в сплаве менее 0,5 %).

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Объем раствора меди или никеля, см <sup>3</sup>
От 0,01 до 0,1 включ	3	—
Св 0,1 до 0,5 »	1	10
» 0,5 » 1,0 »	0,5	5
» 1,0 » 3,5 »	0,1	—

Раствор нагревают до 70—80 °С, добавляют аммиак до полного перехода меди или никеля в растворимый аммиачный комплекс и раствор выдерживают в теплом месте в течение 20 мин, затем раствор фильтруют через фильтр средней плотности, осадок промывают теплым раствором аммиака (1 : 19). Осадок на фильтре растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1) с добавлением 2—4 капель перекиси водорода, фильтр промывают горячей водой, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор

охлаждают, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия и доливают водой до метки.

Для сплавов с массовой долей алюминия свыше 0,1 % навеску массой, приведенной в табл. 3, растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1).

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию алюминия в пламени ацетилен-закись азота при длине волны 309,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

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

Навеску сплава (см. табл. 3) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10—30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1) и 2—6 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. При массовой доле алюминия менее 0,1 % поступают, как указано в п. 4.3.1.

При массовой доле алюминия свыше 0,1 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию алюминия, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.3.3. Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0,3; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,3; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мг алюминия. Во все колбы добавляют по 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1), по 2 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия, при массовой доле алюминия свыше 0,1 % добавляют аликвотные объемы растворов меди (если медь является основой сплава) или никеля (если никель является основой сплава) (см. табл. 3) и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию алюминия, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю алюминия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $C$  — концентрация алюминия, 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  $D$  (пока-

затель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

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) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим или фотометрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

## **ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

### **РАЗРАБОТЧИКИ**

**В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова,  
Л. В. Морейская, И. А. Воробьева**

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167**

**3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.8—80**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—78	2.4.3; 3.4.3; 4.4.3
ГОСТ 61—75	2.2; 3.2
ГОСТ 199—78	3.2
ГОСТ 435—77	2.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 849—70	4.2
ГОСТ 859—78	2.2; 4.2
ГОСТ 1277—75	3.2
ГОСТ 3117—78	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 3773—72	3.2; 4.2
ГОСТ 4147—74	4.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4237—76	3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4463—76	2.2
ГОСТ 4518—75	2.2
ГОСТ 6344—73	3.2
ГОСТ 6691—77	2.2; 3.2
ГОСТ 6689.1—91	Разд. 1
ГОСТ 10484—78	2.2; 4.2
ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 10929—76	2.2; 4.2
ГОСТ 11069—78	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 18300—87	2.2; 3.3
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 20478—75	3.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 2.4.3; 3.4.3; 4.4.3
ГОСТ 27068—86	3.2

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *В. Н. Прусакова*  
Корректор *Т. А. Васильева*

Сдано в наб 29 06 92 Подп в печ 14 08 92 Усл. печ л 1,0 Усл кр-отт 1,0 Уч-изд. л 1,02.  
Тираж 718 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП.  
Новопресненский пер., 3.  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256 Зак 1521