Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения никеля

Magnesium alloys.
Methods for determination of nickel

ГОСТ 3240.15—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрические методы определения никеля (при массовой доле никеля от 0,0005 до 0,4 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ (при содержании никеля от 0,001 до 0,4 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании соединения никеля с диметилглиоксимом, которое экстрагируют хлороформом. Диметилглиоксимат никеля фотометрируют при длине волны 360 нм при λ_x = 536 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр типа СФ4а или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 25 %-ный раствор.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, 10 %-ный свежеприготовленный раствор.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, 1 %-ный раствор в этиловом спирте.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962*.

Хлороформ.

Аммоний виннокислый по ТУ 6—09—08—2007, 20 %-ный раствор, очищенный от следов никеля.

Никель сернокислый 7-водный по ГОСТ 4465.

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517.

Стандартные растворы никеля

Раствор А; готовят следующим образом: 0,4784 г сернокислого никеля помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в воде, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

gost.e-ecolog.ru

1 см³ раствора Б содержит 0,002 мг никеля.

Титр раствора А устанавливают следующим образом: 50 см³ стандартного раствора А помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 100 см³ воды, нейтрализуют аммиаком по лакмусовой бумаге, нагревают до температуры около 70 °С, добавляют 40 см³ раствора диметилглиоксима и оставляют на 2 ч при температуре 30—50 °С.

Фильтруют осадок на фильтр «белая лента», промывают теплой водой, помещают осадок с фильтром в прокаленный до постоянной массы и взвешивают фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 950—1000 °С до постоянной массы.

Одновременно проводят контрольный опыт со всеми реактивами. Титр раствора А (T), выраженный в г/см³ никеля, вычисляют по формуле

$$T = \frac{(m_1 - m_2)\ 0{,}7858}{50},$$

где m_1 — масса осадка закиси никеля, г;

m_2 — масса осадка контрольного опыта, г;

0,7858 — коэффициент пересчета закиси никеля на никель.

2.1; 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой и осторожно приливают небольшими порциями 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После окончания бурной реакции стенки стакана ополаскивают водой и содержимое стакана нагревают до полного растворения сплава. Затем стенки стакана обмывают водой и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ или 250 см³, после чего разбавляют водой до метки и отбирают в стакан аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Объем мерной колбы, см³	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,001 до 0,008	100	50
Св. 0,008 » 0,040	100	10
» 0,040 » 0,16	250	5
» 0,16 » 0,40	250	2

Прибавляют 1—3 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 10 см³ раствора хлористого аммония и 5 см³ раствора виннокислого аммония, разбавляют раствор водой до 100 см³ и приливают по каплям раствор аммиака, вначале разбавленный 2:3, а затем разбавленного 1:5, до получения слабощелочной реакции по лакмусовой бумаге. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 200—300 см³, прибавляют 3 см³ раствора диметилглиоксима, 6 см³ хлороформа и встряхивают в течение 1—2 мин.

Раствор оставляют для расслаивания на 1—2 мин, а затем сливают хлороформный экстракт в сухую пробирку с притертой пробкой. Повторную экстракцию проводят в течение 1 мин с 5 см³ хлороформа.

Экстракт сливают в ту же пробирку. Объединенные экстракты фильтруют через сухой фильтр и измеряют оптическую плотность раствора при $\lambda_{max} = 536$ нм в кювете с толщиной слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит хлороформный экстракт контрольного опыта. Для приготовления раствора контрольного опыта берут соляную кислоту в количестве, равном взятому для анализа, выпаривают $^2/_3$ объема и затем проводят через все стадии анализа.

Массовую долю никеля определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В семь стаканов вместимостью по 100 см³ отбирают 0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и так до 20 см³ с интервалом 2,5 см³ раствора Б, доливают водой до 70 см³ и приливают 5 см³ виннокислого аммония, 2—3 капли раствора аммиака и проводят экстракцию хлороформом. Измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 2.3.1.

По найденным значениям оптической плотности строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1},$$

где V — объем исходного раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса никеля, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,003	0,0003	Св. 0,03 до 0,10	0,005
Св. 0,003 » 0,01	0,0005	» 0,10 » 0,20	0,01
» 0,01 » 0,03	0,003	» 0,20 » 0,40	0,02

2.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений массовой доли никеля проводят с использованием Государственного стандартного образца ГСО 3363.

Кроме того, используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, вновь выпущенные, а также отраслевые стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли никеля методом добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ (при массовой доле никеля от 0,0005 до 0,25 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании α-фурилдиоксимом с ионами никеля труднорастворимого в воде комплексного соединения, которое хорошо экстрагируется хлороформом. Экстракцию проводят при pH 9. Мешающее влияние меди устраняют добавлением тиосульфата натрия. Влияние марганца устраняют введением в раствор гидроксиламина. Влияние магния, циркония, железа, редкоземельных элементов, кадмия и цинка — введением тартрата аммония. Измерение оптической плотности производят при λ_{max} = 438 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, 10 %-ный раствор.

Аммоний виннокислый по ТУ 6—09—08—2007, 20 %-ный раствор.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), 50 %-ный раствор.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1, и 2 %-ный раствор.

Никель сернокислый 7-водный по ГОСТ 4465.

α-фурилдиоксим, 1 %-ный спиртовой раствор.

Хлороформ, х. ч.

Стандартные растворы никеля концентрации 1 мг/см^3 (раствора А) и 0,001 мг/см^3 (раствор Б); готовят и хранят по ГОСТ 4212.

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517.

Бумага индикаторная универсальная для определения pH 7,0—14,0.

3.1; 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г растворяют в 20 см³ соляной кислоты в стаканах вместимостью 300 см³, окисляют 1—3 см³ азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Раствор выпаривают до влажных солей, остаток растворяют в 20—30 см³ воды при нагревании и в стакане подготавливают к фотометрированию из всей навески при массовой доле никеля до 0,003 %. При массовой доле никеля свыше 0,003 % содержимое стакана переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки, перемешивают и отбирают в стакан аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля никеля, %	Объем мерной колбы, см³	Аликвотная часть, см³
От 0,005 до 0,003	—	Из всей навески
Св. 0,003 » 0,03	100	10
» 0,03 » 0,08	100	4
» 0,08 » 0,15	100	2
» 0,15 » 0,25	100	1

Если после растворения навески присутствует нерастворимый цирконий, последний отфильтровывают.

К раствору в стакане прибавляют 5 см³ солянокислого гидроксиламина, 30 см³ виннокислого аммония, 5 см³ тиосульфата натрия, 4 см³ раствора α-фурилдиоксима и устанавливают pH раствора по универсальной индикаторной бумаге растворами аммиака до pH = 9.

Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 200 см³, доводят объем водой до 100 см³ и через 15 мин экстрагируют 5 см³ хлороформа в течение 5 мин. Экстракцию повторяют еще два раза по 5 мин, приливая те же количества хлороформа, сливая каждую порцию хлороформного экстракта в мерную колбу вместимостью 25 см³ (предварительно вымытую и высушенную), доливают до метки хлороформом и хорошо перемешивают. Если экстракты в мерных колбах мутнеют, то их отфильтровывают через сухой фильтр средней плотности в кювету для фотометрирования.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре или спектрофотометре при λ_{max} = 438 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. Через весь ход анализа проводят контрольный опыт. В качестве раствора используют раствор хлороформа.

Массовую долю никеля определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 250 см³ прибавляют стандартный раствор никеля Б 0; 1; 3; 5; 7; 9; 11; 13; 15; 17; 19 и 20 см³, что соответствует 0; 0,001; 0,003; 0,005; 0,007; 0,009; 0,011; 0,013; 0,015; 0,017; 0,019 и 0,020 мг никеля. Во все стаканы добавляют по 5 см³ солянокислого гидроксиламина, по 5 см³ виннокислого аммония, по 5 см³ тиосульфата натрия, по 4 см³ α-фурилдиоксима и разбавляют водой до 50 см³. Устанавливают pH 9 и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1},$$

где m — количество никеля, найденное по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части, см³;

m_1 — масса навески сплава, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,001	0,0002	Св. 0,02 до 0,06	0,005
Св. 0,001 » 0,003	0,0004	» 0,06 » 0,15	0,01
» 0,003 » 0,009	0,0008	» 0,15 » 0,25	0,03
» 0,009 » 0,02	0,0015		

3.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений проводят по п. 2.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889

3. ВЗАМЕН ГОСТ 3240—56 в части разд. VIII

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—97	2.5	ГОСТ 4517—87	2.2, 3.2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 5456—79	2.2, 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2	ГОСТ 5828—77	2.2
ГОСТ 3773—72	2.2	ГОСТ 5962—67	2.2, 3.2
ГОСТ 4212—76	3.2	ГОСТ 14261—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	3.2	ГОСТ 25086—87	2.5
ГОСТ 4465—74	2.2, 3.2	ТУ 6—09—08—2007—89	2.2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)

gost.e-ecolog.ru