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 $\lambda_x$ = 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).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

1 см$^3$ раствора Б содержит 0,002 мг никеля.

Титр раствора А устанавливают следующим образом: 50 см$^3$ стандартного раствора А помещают в стакан вместимостью 300 см$^3$, добавляют 100 см$^3$ воды, нейтрализуют аммиаком по лакмусовой бумаге, нагревают до температуры около 70 °С, добавляют 40 см$^3$ 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/см$^3$ никеля, вычисляют по формуле

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

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 см$^3$, смачивают водой и осторожно приливают небольшими порциями 20 см$^3$ 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 см$^3$ или 250 см$^3$, 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, см$^3$ | Аликвотная часть раствора, см$^3$ |
|---|---|---|
| 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 см$^3$ раствора солянокислого гидроксиламина, 10 см$^3$ раствора хлористого аммония и 5 см$^3$ раствора виннокислого аммония, разбавляют раствор водой до 100 см$^3$ 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 см$^3$, прибавляют 3 см$^3$ раствора диметилглиоксима, 6 см$^3$ 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 см$^3$ 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 см$^3$ отбирают 0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и так до 20 см$^3$ с интервалом 2,5 см$^3$ раствора Б, доливают водой до 70 см$^3$ и приливают 5 см$^3$ 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 $\lambda_{max}$ = 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 см$^3$ соляной кислоты в стаканах вместимостью 300 см$^3$, окисляют 1—3 см$^3$ азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Раствор выпаривают до влажных солей, остаток растворяют в 20—30 см$^3$ 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 см$^3$, 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, см$^3$ | Аликвотная часть, см$^3$ |
|---|---|---|
| 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 см$^3$ солянокислого гидроксиламина, 30 см$^3$ виннокислого аммония, 5 см$^3$ тиосульфата натрия, 4 см$^3$ раствора α-фурилдиоксима и устанавливают pH раствора по универсальной индикаторной бумаге растворами аммиака до pH = 9.

Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 200 см$^3$, доводят объем водой до 100 см$^3$ и через 15 мин экстрагируют 5 см$^3$ 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 см$^3$ (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 $\lambda_{max}$ = 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 см$^3$ прибавляют стандартный раствор никеля Б 0; 1; 3; 5; 7; 9; 11; 13; 15; 17; 19 и 20 см$^3$, 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 см$^3$ солянокислого гидроксиламина, по 5 см$^3$ виннокислого аммония, по 5 см$^3$ тиосульфата натрия, по 4 см$^3$ α-фурилдиоксима и разбавляют водой до 50 см$^3$. 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, см$^3$;

$V_1$ — объем аликвотной части, см$^3$;

$m_1$ — 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