

**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 бидистилированная, полученная по ГОСТ 4517.

Стандартные растворы никеля

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

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

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

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

## С. 2 ГОСТ 3240.15—76

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,002 мг никеля.

Титр раствора А устанавливают следующим образом: 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, нейтрализуют аммиаком по лакмусовой бумаге, нагревают до температуры около 70 °С, добавляют 40 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксими 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, озолят 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, смачивают водой и осторожно приливают небольшими порциями 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> или 250 см<sup>3</sup>, после чего разбавляют водой до метки и отбирают в стакан аликовтную часть раствора в соответствии с табл. I.

Таблица I

| Массовая доля никеля, % | Объем мерной колбы, см <sup>3</sup> | Аликовтная часть раствора, см <sup>3</sup> |
|-------------------------|-------------------------------------|--|
| 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<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксилиамина, 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония и 5 см<sup>3</sup> раствора виннокислого аммония, разбавляют раствор водой до 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, прибавляют 3 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксими, 6 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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  $\frac{2}{3}$  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<sup>3</sup> отбирают 0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и так до 20 см<sup>3</sup> с интервалом 2,5 см<sup>3</sup> раствора Б, доливают водой до 70 см<sup>3</sup> и приливают 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликовой части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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  $\alpha$ -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, реагенты 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.

$\alpha$ -фурилдиоксим, 1 %-ный спиртовой раствор.

Хлороформ, х. ч.

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

## С. 4 ГОСТ 3240.15—76

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<sup>3</sup> соляной кислоты в стаканах вместимостью 300 см<sup>3</sup>, окисляют 1—3 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Раствор выпаривают до влажных солей, остаток растворяют в 20—30 см<sup>3</sup> воды при нагревании и в стакане подготовливают к фотометрированию из всей навески при массовой доле никеля до 0,003 %. При массовой доле никеля выше 0,003 % содержимое стакана переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки, перемешивают и отбирают в стакан аликовотную часть раствора в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

| Массовая доля никеля, % | Объем мерной колбы, см <sup>3</sup> | Аликовотная часть, см <sup>3</sup> |
|-------------------------|-------------------------------------|------------------------------------|
| 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<sup>3</sup> солянокислого гидроксиамина, 30 см<sup>3</sup> виннокислого аммония, 5 см<sup>3</sup> тиосульфата натрия, 4 см<sup>3</sup> раствора α-фурилдиоксина и устанавливают pH раствора по универсальной индикаторной бумаге растворами аммиака до pH = 9.

Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доводят объем водой до 100 см<sup>3</sup> и через 15 мин экстрагируют 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> (предварительно вымытую и высушеннюю), 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<sub>max</sub> = 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<sup>3</sup> прибавляют стандартный раствор никеля 0; 1; 3; 5; 7; 9; 11; 13; 15; 17; 19 и 20 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> солянокислого гидроксиамина, по 5 см<sup>3</sup> виннокислого аммония, по 5 см<sup>3</sup> тиосульфата натрия, по 4 см<sup>3</sup> α-фурилдиоксина и разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликовотной части, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — 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,<br>на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД,<br>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)