УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения редкоземельных элементов и иттрия

Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of rare-earth elements and yttrium

ГОСТ 11739.22—90

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения редкоземельных элементов при массовой доле от 0,2 до 2,0% и атомно-абсорбционный метод определения иттрия при массовой доле иттрия от 0,1 до 2,0%.

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 определений.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе гидроокиси натрия, отделении алюминия, цинка, меди, никеля, кадмия, осаждении редкоземельных элементов щавелевой кислотой, прокаливании осадка при температуре 900—1000 °С до оксидов и их взвешивании.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 200 г/дм³ и 20 г/дм³.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

48г-95
28

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³, растворы 1 : 1, 2 : 98 и 1 : 99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см³, раствор 1 : 1.

Смесь кислот: 90 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1 помещают в стакан вместимостью 500 см³, приливают 10 см³ раствора азотной кислоты и перемешивают.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, раствор 20 г/дм³.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор, насыщенный при комнатной температуре, и раствор 30 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 250 г/дм³.

Метиловый оранжевый, раствор 1 г/дм³.

Адсорбент (мацерированная бумага): 100 г измельченных фильтров («красная лента») помещают в стакан вместимостью 500 см³, приливают 300 см³ горячей воды и перемешивают мешалкой до получения однородной массы.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 40 см³ раствора гидроксида натрия 200 г/дм³ и растворяют сначала при комнатной температуре, а после прекращения бурной реакции — при нагревании.

К раствору приливают 200 см³ кипящей воды, перемешивают, дают отстояться в течение 30—40 мин и отфильтровывают выпавший осадок через два фильтра средней плотности («белая лента») с адсорбентом. Стакан и осадок промывают 5—6 раз раствором гидроксида натрия 20 г/дм³ порциями по 20 см³.

2.3.2. Осадок на фильтре растворяют над стаканом, в котором проводили растворение пробы, в 40 см³ горячей смеси кислот, приливая сначала 20 см³ смеси и два раза по 10 см³, фильтр промывают пять раз горячим раствором соляной кислоты: 2 : 98 порциями по 20 см³.

К охлажденному раствору приливают 50 см³ раствора хлористого аммония, добавляют 2 капли метилового оранжевого, аммиак до перехода окраски в желтый цвет и 100 см³ раствора буры при перемешивании стеклянной палочкой. Раствору с осадком дают отстояться в течение 50 мин.

Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента») с адсорбентом, промывают 5—6 раз раствором буры и растворяют на фильтре в 30 см³ горячего раствора соляной кислоты 1 : 1 над стаканом, в котором проводили осаждение, фильтр промывают пять раз горячим раствором соляной кислоты (2 : 98) порциями по 20 см³.

2.3.3 Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 50 см³ горячего раствора соляной кислоты (1 : 99) и растворяют

соли при нагревании. Затем к раствору приливают 30 см³ горячей воды и в несколько приемов 50 см³ горячего насыщенного раствора щавелевой кислоты, тщательно перемешивая раствор стеклянной палочкой так, чтобы она касалась дна стакана. Раствору с осадком дают отстояться в течение 12 ч и затем отфильтровывают через два фильтра средней плотности («белая лента») с адсорбентом.

Осадок промывают 5—6 раз раствором щавелевой кислоты 30 г/дм³ порциями по 20 см³.

2.3.4. Фильтр с осадком помещают в доведенный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, подсушивают, осторожно озоляют, не допуская воспламенения, прокаливают в муфельной печи при температуре 900—1000 °С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю суммы редкоземельных элментов (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot n}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля, г;

n — коэффициент пересчета оксида редкоземельного элемента на элемент:

оксида иттрия на иттрий	0,7874;
оксида лантана на лантан	0,8527;
оксида неодима на неодим	0,8573;
оксида празеодима на празеодим	0,8544;
оксида церия на церий	0,8141;

m — масса навески пробы, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля редкоземельных элементов, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,20 до 0,30 включ.	0,03	0,04
Св. 0,30 » 0,50 »	0,05	0,06
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,10
» 1,00 » 2,00 »	0,10	0,15

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИТТРИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерения атомной абсорбции иттрия при длине волны 410,2 нм в пламени ацетилен-закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для иттрия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

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

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор 20 г/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм^3.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

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

Иттрий металлический высокой чистоты.

Стандартные растворы иттрия.

Раствор А: 1 г металлического иттрия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 25 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1) и растворяют при слабом нагревании. После растворения иттрия раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,005 г иттрия.

Раствор Б: 20 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,001 г иттрия.

Раствор В: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,0005 г иттрия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают приблизительно 10 см³ воды и затем небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1. Колбу накрывают часовым стеклом и осторожно 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 см³, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), 20 см³ раствора хлористого калия, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. 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.

3.3.3. При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п. 3.3.1 раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты (1 : 99) порциями по 10 см³ (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3 мин. После охлаждения к содержимому тигля добавляют 4 капли серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Далее раствор упаривают досуха, после охлаждения остаток смачивают 2—3 см³ воды и растворяют в 2—3 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1) при нагревании.

Раствор присоединяют к основному фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 3.3.1, 3.3.2 и 3.3.3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3.3.5. *Построение градуировочных графиков*

3.3.5.1. При массовой доле иттрия от 0,1 до 1,0% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 г иттрия.

3.3.5.2. При массовой доле иттрия свыше 1,0 до 2,0 % в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,006; 0,007; 0,008; 0,009; 0,01 г иттрия.

3.3.5.3. В растворы в колбах по пп. 3.3.5.1 и 3.3.5.2 добавляют по 5 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), по 20 см³ раствора хлористого калия, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.6. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-закись азота и измеряют атомную абсорбцию иттрия при длине волны 410,2 нм.

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

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

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где C_1 — массовая концентрация иттрия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация иттрия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

Массовая доля иттрия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,100 до 0,250 включ.	0,015	0,020
Св. 0,25 » 0,50 »	0,03	0,05
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,08
» 1,00 » 2,00 »	0,10	0,15

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. Горлова**, канд. хим. наук, **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук; **Л. В. Антоненко**

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. **ВЗАМЕН ГОСТ 11739.22—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2	ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 4038—79	3.2	ГОСТ 10929—76	3.2
ГОСТ 3773—72	2.2	ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 4199—76	2.2	ГОСТ 11069—74	3.2
ГОСТ 4204—77	3.2	ГОСТ 22180—76	2.2
ГОСТ 4234—77	3.2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 4328—77	2.2		