

**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.



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.

Метилловый 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 см 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 элементов (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля, г;

n — коэффициент пересчета оксида редкоземельного элемента на элемент:

| | |
|--------------------------------|---------|
| оксида иттрия на итрий | 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 измерении 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/см³, растворы 1:1 и 1:99.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор 20 г/дм³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм³.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм³: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ воды, а затем небольшими порциями 300 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см³ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу, вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Итрий металлический высокой чистоты.

Стандартные растворы иттрия.

Раствор А: 1 г металлического иттрия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 25 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при слабом нагревании. После растворения иттрия раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,005 г иттрия

Раствор Б: 20 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают

1 см³ раствора Б содержит 0,001 г иттрия.

Раствор В: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,0005 г иттрия.

33 Проведение анализа

331 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.

332 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.

333 При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п. 331 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.

334 Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 331, 332 и 333, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

335 Построение градуировочных графиков

3351 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.

3352 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.

3353 В растворы в колбах по пп. 3351 и 3352 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

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

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 | | |