Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

## Методы определения суммы редкоземельных элементов и церия

**ГОСТ 3240.16—76**

Magnesium alloys.
Methods for determination of sum of rare-earth elements and cerium

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения суммы редкоземельных элементов (при массовой доле редкоземельных элементов от 0,3 до 5,0 %) и титриметрический метод определения церия (при массовой доле церия от 0,1 до 1,5 %).

Метод основан на отделении редкоземельных элементов и церия от основной массы магния раствором тетраборнокислого натрия в присутствии хлористого аммония. Гидраты окислов металлов растворяют в соляной кислоте и выделяют оксалаты редкоземельных элементов.

Определение заканчивают прокаливанием оксалатов до получения окислов. Если в сплаве содержится церий, то осадок после прокаливания растворяют в кислоте, церий окисляют до четырехвалентного состояния и титруют раствором соли Мора.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:99.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:5.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

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

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, 2 %-ный раствор.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, 15 %-ный раствор.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, насыщенный и 3 %-ный растворы.

Церий сернокислый закисный, 0,05 М раствор. Титр раствора устанавливают по щавелевой кислоте.

Метиловый оранжевый, 0,2 %-ный раствор.

Ферроин, приготовление и хранение по ГОСТ 4919.1.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая по ГОСТ 4208 (соль Мора) и 0,02 М раствор. Титр раствора устанавливают по сернокислому церию. Для этого 10 $см^3$ раствора сернокислого церия помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, разбавляют 40 $см^3$ воды, прибавляют 15 $см^3$ 15 %-ного раствора надсернокислого аммония, 5 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:5, и кипятят 5 мин. Затем осторожным вращением колбы удаляют кислород, охлаждают раствор, прибавляют две капли индикаторной смеси и титруют раствором соли Мора до появления розовой окраски.

Титр раствора сернокислого железа ($T$), выраженный в г/$см^3$ церия, вычисляют по формуле

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

$$T = \frac{m}{V},$$

где $m$ — количество церия, взятое для установки титра, г;

$V$ — объем раствора сернокислого железа, израсходованный на титрование, см$^3$.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Массу навески сплава определяют в зависимости от массовой доли суммы редкоземельных элементов, как указано в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля редкоземельных элементов, % | Масса навески сплава, г |
|---|---|
| От 0,3 до 4,0 | 1 |
| Св. 4,0 » 5,0 | 0,5 |

Пробу помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$, добавляют 30 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения.

Стенки стакана обмывают водой, прибавляют 50 см$^3$ раствора хлористого аммония, нейтрализуют раствор аммиаком по метиловому оранжевому до желтой окраски, приливают 10 капель аммиака в избыток, охлаждают, прибавляют 100 см$^3$ раствора тетраборнокислого натрия, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и оставляют стоять для коагуляции осадка. Через 40—50 мин раствор отфильтровывают, не перемешивая, через два фильтра средней плотности, переносят осадок на фильтр и промывают 5—6 раз раствором тетраборнокислого натрия.

Осадок растворяют на фильтре в 30 см$^3$ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают несколько раз горячей водой, раствор собирают в стакан, в котором растворяли пробу, выпаривают почти досуха.

Осадок растворяют в 50 см$^3$ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:99, прибавляют 30 см$^3$ воды, нагревают до кипения и осаждают редкоземельные элементы 50 см$^3$ нагретого до кипения насыщенного раствора щавелевой кислоты, тщательно перемешивая в течение 5 мин стеклянной палочкой с резиновым наконечником.

Раствор с выпавшим осадком оставляют на 3—4 ч, а если содержание редкоземельных элементов незначительно, то до следующего дня. Затем осадок собирают на плотном фильтре и промывают 10—12 раз холодным 3 %-ным раствором щавелевой кислоты.

Осадок с фильтром сушат, прокаливают в течение 1 ч при 950 °С, охлаждают и взвешивают сумму редкоземельных элементов.

Для определения церия взвешенный осадок переносят в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$ и при нагревании растворяют в 20—30 см$^3$ серной кислоты (1:5), затем раствор выпаривают до появления паров серной кислоты в течение 1,5 ч, приливают 10—15 см$^3$ раствора надсернокислого аммония и кипятят 5—7 мин. Осторожно вращая колбу, удаляют кислород и охлаждают раствор, после чего прибавляют 1—2 капли ферроина и титруют церий раствором соли Мора до получения устойчивой розовой окраски.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю суммы редкоземельных элементов ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \quad 0{,}82 \cdot 100}{m_1},$$

где $m$ — масса окислов редкоземельных элементов, г;

0,82 — средний коэффициент пересчета окислов редкоземельных элементов на чистые металлы;

$m_1$ — масса навески сплава, г.

4.2. Массовую долю церия ($X_1$) в процентах вычисляют по формуле

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

где $V$ — объем раствора сернокислого закисного железа, израсходованный на титрование, см$^3$;

$T$ — титр раствора сернокислого закисного железа, выраженный в г/см$^3$ церия;

$m$ — масса навески сплава, г.

Таблица 2

| Массовая доля редкоземельных элементов, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| От 0,3 до 0,5 | 0,05 |
| Св. 0,5 » 1,5 | 0,1 |
| » 1,5 » 5,0 | 0,25 |

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений массовой доли редкоземельных элементов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4.4. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений массовой доли церия не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

| Массовая доля церия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| От 0,1 до 0,4 | 0,015 |
| Св. 0,4 » 1,0 | 0,04 |
| » 1,0 » 1,5 | 0,06 |

## 5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль точности измерений массовой доли церия от 0,1 до 1,5 % проводят с использованием Государственного стандартного образца ГСО 3363.

Кроме того, используют Государственные стандартные образцы магниевых сплавов, вновь выпущенные, а также отраслевые стандартные образцы и 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 суммы редкоземельных элементов и церия методом добавок.

Разд. 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. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 8.315—97 | Разд. 5 | ГОСТ 4204—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 3118—77 | Разд. 2 | ГОСТ 4208—72 | Разд. 2 |
| ГОСТ 3240.0—76 | 1.1 | ГОСТ 4919.1—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 3760—79 | Разд. 2 | ГОСТ 20478—75 | Разд. 2 |
| ГОСТ 3773—72 | Разд. 2 | ГОСТ 22180—76 | Разд. 2 |
| ГОСТ 4199—76 | Разд. 2 | ГОСТ 25086—87 | Разд. 5 |

**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