УДК 669.85/.86.018 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Методы определения иттрия

Alloys and foundry alloys of rare metals. Methods for determination of yttrium

ГОСТ 25278.4—82

ОКСТУ 1709.

Срок действия с 01.07.83
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает прямой комплексонометрический метод определения иттрия (от 20 до 40%) в бинарных сплавах магний — иттрия и косвенный комплексонометрический метод определения иттрия (от 10 до 15%) в бинарных сплавах никель—иттрий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 26473.0—85.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИТТРИЯ В СПЛАВАХ МАГНИЙ—ИТТРИЙ

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании иттрия при pH 4,5—4,8 со смешанным индикатором, представляющим смесь ксиленолового оранжевого с метиленовым голубым. Магний определению не мешает.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

gost.e-ecolog.ru

Бюретка вместимостью 25 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор 1 моль/дм³: 5,6 см³ ледяной уксусной кислоты разбавляют до 100 см³ водой.

Буферный раствор (pH 4,5): 7,7 г уксуснокислого аммония растворяют в 100 см³ раствора уксусной кислоты 1 моль/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 5 мг/см³.

Метиленовый голубой; спиртовой раствор 1 мг/см³.

Бумага индикаторная конго.

Смешанный индикатор: к 9 см³ раствора ксиленолового оранжевого приливают 1 см³ раствора метиленового голубого.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) на ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой.

Коэффициент молярности раствора трилона Б устанавливают по раствору соли цинка (ГОСТ 10398—76).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ соляной кислоты (1:1), полученный раствор упаривают до объема 2—3 см³. Разбавляют водой до 100 см³, нейтрализуют по бумаге конго аммиаком до перехода окраски бумаги конго из синей в фиолетовую (pH раствора около 4), приливают 5 см³ буферного раствора, 1 см³ раствора смешанного индикатора и титруют иттрий раствором трилона Б до перехода окраски из фиолетовой в ярко-зеленую.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю иттрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}004445 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

0,004445 — концентрация раствора трилона Б по иттрию, г/см³;

K — коэффициент молярности раствора трилона Б;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля иттрия, %	Допускаемые расхождения, %
20,0	0,6
30,0	0,8
40,0	1,1

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИТТРИЯ В СПЛАВАХ НИКЕЛЬ—ИТТРИЙ

Метод основан на образовании комплексонатов иттрия и никеля, последующем разрушении комплексоната иттрия фторидом и титровании освободившегося трилона Б раствором цинка при pH 5,8—6,0 с индикатором ксиленоловым оранжевым.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Бюретки вместимостью 25 см³.

Пипетки без деления на 25 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Стаканы стеклянные вместимостью 200 см³.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 100 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:5.

Уротропин по ГОСТ 1381—73.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 1 мг/см³.

Бумага индикаторная конго.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, растворы 70 г/дм³ и 0,05 моль/дм³.

Раствор трилона Б 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой. Коэф-

фициент молярности раствора трилона Б устанавливают по раствору соли цинка (ГОСТ 10398—76).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в смеси 30 см³ соляной кислоты с' 20 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 25 см³ полученного раствора, разбавляют до 100 см³ водой, нейтрализуют по бумаге конго аммиаком до перехода окраски бумаги из синей в фиолетовую, добавляют 1 г уротропина, 5—7 капель раствора ксиленолового оранжевого и приливают раствор трилона Б 70 г/дм³ до изменения окраски раствора от фиолетовой до зеленой. Избыток трилона Б титруют раствором цинка до перехода окраски от зеленой в фиолетовую. Затем добавляют 1—1,5 г фторида натрия, хорошо перемешивают и титруют освободившийся трилон Б раствором цинка до появления устойчивой фиолетовой окраски.

3.3. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}004445 \cdot K \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

где V — объем раствора хлористого цинка, израсходованный на титрование, см³;

0,004445 — концентрация раствора трилона Б по иттрию, г/см³;

K — коэффициент молярности раствора трилона Б;

V_1 — вместимость мерной колбы, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см³.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать 0,4%.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. А. Карпов, Е. Г. Намаркина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницина, Н. А. Суворова, Л. Н. Филимонов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.82 № 2120

3. **Срок проверки — 1993 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1
ГОСТ 3117—78	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 3760—79	2.1, 3.1
ГОСТ 4461—77	3.1
ГОСТ 4463—76	3.1
ГОСТ 10652—73	2.1, 3.1
ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 26473.0—85	1.1

6. **Срок действия продлен до 01.01.93** Постановлением Госстандарта СССР от 29.10.87 № 4096

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (ноябрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88).

gost.e-ecolog.ru