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

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

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