УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения скандия

ГОСТ 11739.25—90

Aluminium casting and wrought alloys
Methods for determination of scandium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07 91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле скандия от 0,02 до 2,0 %) и пламенно-фотометрический (при массовой доле скандия от 0,1 до 5,0%) методы определения скандия.

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 параллельных определений.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СКАНДИЯ

2.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, образовании при pH 3,5—3,6 разнометального комплекса скандий-молибден-арсеназо III, окрашенного в синий цвет, и фотометрировании при длине волны 675 нм. Окраска комплекса устойчива в течение суток.

Алюминий, железо, цинк, магний, литий определению не мешают. Влияние титана и циркония устраняют фотометрированием раствора пробы на фоне компенсирующей аликвотной части испытуемого раствора, в которую помимо всех реактивов введен трилон Б. При массовой доле меди более 0,5 % ее маскируют тиомочевиной.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и растворы 1 : 1, 1 : 4, 0,1 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 0,6 моль/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, плотностью 1,05 г/см³ и раствор 0,2 моль/дм³ плотностью 1,00 г/см³: 23 см³ уксусной кислоты плотностью 1,05 г/см³ помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 2 и 0,1 моль/дм³.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931, раствор: 25 г молибденовокислого натрия растворяют в 75 см³ воды и фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента»).

Индикатор метиловый оранжевый, раствор 0,5 г/дм³: 0,05 г реагента растворяют в 100 см³ воды и перемешивают.

Арсеназо III, свежеприготовленный раствор 1 г/дм³: 0,1 г реагента растворяют в 100 см³ воды и фильтруют через плотный фильтр («синяя лента»).

Буферный раствор pH 3,5: к 2000 см³ раствора уксусной кислоты 0,2 моль/дм³ приливают 300 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия. Значение pH контролируют на pH-метре.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,1 моль/дм³.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Скандия оксид по МРТУ 6—09—3066.

Стандартные растворы скандия

Раствор А: 0,7669 г оксида скандия растворяют в 30 см³ соляной кислоты при умеренном нагревании. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г скандия.

Раствор Б, свежеприготовленный: 1 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают 0,1 моль/дм³ раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г скандия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают осторожно 20 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и умеренно нагревают до растворения. К раствору добавляют по каплям азотную кислоту (при наличии в пробе меди до ее растворения), затем три капли в избыток, об-

мывают стенки колбы приблизительно 10 см³ воды и кипятят в течение 1—2 мин.

Одновременно в тех же условиях растворяют 0,25 г алюминия.

Таблица 1

Массовая доля скандия, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,02 до 0,1 включ	0,5	5—2,5
Св 0,1 » 0,5 »	0,25	2,5—2,0
» 0,5 » 1,0 »	0,25	2,0—1,0
» 1,0 » 2,0 »	0,1	1,0—0,5

Охлажденные растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. Две аликвотные части раствора из мерной колбы вместимостью 100 см³ согласно табл. 1 переносят в две мерные колбы вместимостью по 50 см³ (при наличии в пробе меди приливают к каждой аликвотной части по 3 см³ раствора тиомочевины и выдерживают 5 мин), приливают 15 см³ раствора азотной кислоты, 10 см³ раствора молибденовокислого натрия, 1 каплю индикатора метилового оранжевого, нейтрализуют соляной кислотой 1 : 4 до оранжево-розового окрашивания, в случае передозировки кислоты при появлении яркой малиновой окраски добавляют по каплям раствор гидроксида натрия 2 моль/дм³ до оранжево-розовой окраски, при этом pH раствора равен 3,5—3,6. К раствору приливают 2 см³ раствора арсеназо III, доливают буферным раствором с pH 3,5 до метки и перемешивают.

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 15 мин при длине волны 675 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит вторая аликвотная часть испытуемого раствора, в которую, помимо всех реагентов, перед добавлением арсеназо III вводят 1 см³ раствора трилона Б.

Массовую долю скандия рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.4. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести мерных колб вместимостью по 50 см³ отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025 г скандия. Во все колбы добавляют соответствующую аликвотную часть раствора алюминия и далее поступают так, как указано в пп. 2.3.2 и 2.3.3, за исключением того, что при измерении оптической плотности раствором сравнения служит раствор, содержащий все реагенты, кроме стандартного раствора скандия.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам скандия строят градуировочный график.

2.4 Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю скандия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса скандия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 2

Массовая доля скандия,	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,020 до 0,050 включ.	0,008	0,010
Св 0,050 » 0,100 »	0,015	0,020
0,10 » 0,25 »	0,02	0,03
0,25 » 0,50 »	0,04	0,06
0,50 » 1,00 »	0,06	0,08
1,00 » 2,00 »	0,12	0,15
2,00 » 5,00 »	0,20	0,25

3. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СКАНДИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и последующем измерении интенсивности излучения скандия при длине волны 607,3 нм в пламени ацетилен-закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или спектрофотометр атомно-абсорбционный, работающий в режиме эмиссии.

Ацетилен по ГОСТ 5457, очищенный серной кислотой.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и раствор 1.

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм³.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм³.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 50 г/дм³: 25 г алюминия помещают в стакан вместимостью 600 см³, приливают 400 см³ раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании, добавляя 1 см³ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Скандия оксид по МРТУ 6—09—3066.

Стандартный раствор скандия — раствор А по п. 2.2.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г скандия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают осторожно 20 см³ раствора соляной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и умеренно нагревают до растворения, к раствору добавляют по каплям азотную кислоту (при наличии в пробе меди до ее растворения), 3 капли в избыток, обмывают стенки колбы приблизительно 10 см³ воды и кипятят в течение 1—2 мин. Охлажденный до комнатной температуры раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля скандия, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,1 до 0,5 включ	50	0,25
Св 0,5 » 5,0 »	10	0,05

Аликвотную часть раствора согласно табл. 3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 3.3.1, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3.3.3. *Построение градуировочных графиков*

3.3.3.1. При массовой доле скандия от 0,1 до 0,5% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 5 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г скандия, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты, по 10 см³ раствора хлористого аммония.

3.3.3.2. При массовой доле скандия от 0,5 до 5,0% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 1 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г скандия, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты, по 10 см³ раствора хлористого аммония.

3.3.3.3. Растворы в колбах по пп. 3.3.3.1 и 3.3.3.2 доливают водой до метки и перемешивают.

3 3 4 Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-закись азота и измеряют интенсивность излучения скандия при длине волны 607,3 нм

По полученным значениям интенсивности излучения и соответствующим им массовым концентрациям скандия строят градуировочный график

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

3 4 Обработка результатов

3 4 1 Массовую долю скандия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

где C_1 — массовая концентрация скандия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3,

C_2 — массовая концентрация скандия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3,

V — объем раствора пробы, см^3,

m — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

3 4 2 Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл 2

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, В. А. Осипова**, канд. хим. наук

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. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 3773—76	3.2	ГОСТ 10931—74	2.2
ГОСТ 4038—79	3.2	ГОСТ 11069—74	2.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2	МРТУ 6—09—3056——76	2.2, 3.2
ГОСТ 5457—75	3.2		

gost.e-ecolog.ru