УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения редкоземельных элементов и иттрия

ГОСТ 11739.22—90

Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of rare-earth elements and yttrium

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/дм^3 и 20 г/дм^3.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

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.

Метиловый 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 элментов (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля, г;

n — коэффициент пересчета оксида редкоземельного элемента на элемент:

оксида иттрия на иттрий	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/см^3, растворы 1 : 1 и 1 : 99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор 20 г/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм^3.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм^3: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см^3, добавляют 50 см^3 воды, а затем небольшими порциями 300 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см^3 раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу, вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Иттрий металлический высокой чистоты.

Стандартные растворы иттрия.

Раствор А: 1 г металлического иттрия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 25 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1) и растворяют при слабом нагревании. После растворения иттрия раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,005 г иттрия

Раствор Б: 20 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают

1 см^3 раствора Б содержит 0,001 г иттрия.

Раствор В: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,0005 г иттрия.

3 3 Проведение анализа

3 3 1 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

3 3 2 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

3 3 3 При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п 3 3 1 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

3 3 4 Раствор контрольного опыта готовят согласно пп 3 3 1, 3 3 2 и 3 3 3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3 3 5 *Построение градуировочных графиков*

3 3 5 1 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

3 3 5 2 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

3 3 5 3 В растворы в колбах по пп 3 3 5 1 и 3 3 5 2 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

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

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

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

V — объем раствора пробы, см^3;

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 которы i 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		

gost.e-ecolog.ru