

**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—итрий.

**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 ИТРИЯ  
В СПЛАВАХ МАГНИЙ—ИТРИЯ**

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

**2.1. Аппаратура, реактивы и растворы**

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>.Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см<sup>3</sup>.

Издано официальное

Перепечатка воспрещена

23

Биуретка вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>: 5,6 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой.

Буферный раствор (рН 4,5): 7,7 г уксуснокислого аммония растворяют в 100 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 5 мг/см<sup>3</sup>.

Метиленовый голубой; спиртовой раствор 1 мг/см<sup>3</sup>.

Бумага индикаторная конго.

Смешанный индикатор: к 9 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого приливают 1 см<sup>3</sup> раствора метиленового голубого.

Соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), полученный раствор упаривают до объема 2—3 см<sup>3</sup>. Разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, нейтрализуют по бумаге конго аммиаком до перехода окраски бумаги конго из синей в фиолетовую (рН раствора около 4), приливают 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 1 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

0,004445 — концентрация раствора трилона Б по иттрию, г/см<sup>3</sup>;

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. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИТРИЯ В СПЛАВАХ НИКЕЛЬ—ИТРИЙ

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

#### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Пипетки без деления на 25 см<sup>3</sup>.

Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Стаканы стеклянные вместимостью 200 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

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/см<sup>3</sup>.

Бумага индикаторная конго.

Соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, растворы 70 г/дм<sup>3</sup> и 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

Раствор трилона Б 0,05 моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают и доводят до метки водой. Коэф-

коэффициент 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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в смеси 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты с 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают 25 см<sup>3</sup> полученного раствора, разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой, нейтрализуют по бумаге конго аммиаком до перехода окраски бумаги из синей в фиолетовую, добавляют 1 г уротропина, 5—7 капель раствора кислородного оранжевого и приливают раствор трилона Б 70 г/дм<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

0,004445 — концентрация раствора трилона Б по иттрию, г/см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент молярности раствора трилона Б;

$V_1$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см<sup>3</sup>.

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. Намарина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малюткина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницина, Н. А. Суворова, Л. Н. Фильмонов

**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).**