

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И  
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения редкоземельных элементов и иттрия

ГОСТ

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

11739.22—90

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 гидроксида 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 гидроксид по ГОСТ 4328, растворы 200 г/дм<sup>3</sup> и 20 г/дм<sup>3</sup>.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

98

48г-95

ГОСТ  
СТАНДАРТГОСТ 11739.22-90, Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения редкоземельных элементов и иттрия  
Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of rare-earth elements and yttrium

28

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1, 2:98 и 1:99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>, раствор 1:1.

Смесь кислот: 90 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и перемешивают.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор, насыщенный при комнатной температуре, и раствор 30 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Метилловый оранжевый, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Адсорбент (мацерированная бумага): 100 г измельченных фильтров («красная лента») помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 300 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия 200 г/дм<sup>3</sup> и растворяют сначала при комнатной температуре, а после прекращения бурной реакции — при нагревании.

К раствору приливают 200 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> порциями по 20 см<sup>3</sup>.

2.3.2. Осадок на фильтре растворяют над стаканом, в котором проводили растворение пробы, в 40 см<sup>3</sup> горячей смеси кислот, приливая сначала 20 см<sup>3</sup> смеси и два раза по 10 см<sup>3</sup>, фильтр промывают пять раз горячим раствором соляной кислоты: 2:98 порциями по 20 см<sup>3</sup>.

К охлажденному раствору приливают 50 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, добавляют 2 капли метилового оранжевого, аммиак до перехода окраски в желтый цвет и 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

2.3.3. Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 50 см<sup>3</sup> горячего раствора соляной кислоты (1:99) и растворяют

соли при нагревании. Затем к раствору приливают 30 см<sup>3</sup> горячей воды и в несколько приемов 50 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> порциями по 20 см<sup>3</sup>.

2.3.4. Фильтр с осадком помещают в доведенный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, подсушивают, осторожно озоляют, не допуская воспламенения, прокалывают 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 элементов ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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 допустимое 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<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 1:99.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм<sup>3</sup>: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды, а затем небольшими порциями 300 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу, вместимостью 500 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,005 г иттрия.

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,001 г иттрия.

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

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают приблизительно 10 см<sup>3</sup> воды и затем небольшими порциями 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

Осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты (1:99) порциями по 10 см<sup>3</sup> (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокалывают при температуре 500—600°C в течение 3 мин. После охлаждения к содержимому тигля добавляют 4 капли серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фтороводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Далее раствор упаривают досуха, после охлаждения остаток смачивают 2—3 см<sup>3</sup> воды и растворяют в 2—3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании.

Раствор присоединяют к основному фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), по 20 см<sup>3</sup> 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

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

где  $C_1$  — массовая концентрация иттрия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация иттрия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

Массовая доля иттрия, %	Абсолютное допустимое 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 который 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		