

**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

**НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ**  
**РАБОЧИЙ**  
**ЭКЗЕМПЛЯР**

**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<sup>3</sup> и 20 г/дм<sup>3</sup>.

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>.

Метиловый 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.

### 23. Проведение анализа

23.1. 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>.

23.2. 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>.

23.3 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, 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 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 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-АБСОРБИОННЫЙ 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.