

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—иттрий.

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—ИТРИЙ

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

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические

Колбы конические вместимостью 250 см³.Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

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/дм³: 5,6 см³ ледяной уксусной кислоты разбавляют до 100 см³ водой.

Буферный раствор (рН 4,5): 7,7 г уксуснокислого аммония растворяют в 100 см³ раствора уксусной кислоты 1 моль/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 5 мг/см³.

Метиленовый голубой, спиртовой раствор 1 мг/см³.

Бумага индикаторная конго.

Смешанный индикатор: к 9 см³ раствора ксиленолового оранжевого приливают 1 см³ раствора метиленового голубого.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) на ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, 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 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ соляной кислоты (1:1), полученный раствор упаривают до объема 2—3 см³. Разбавляют водой до 100 см³, нейтрализуют по бумаге конго аммиаком до перехода окраски бумаги конго из синей в фиолетовую (рН раствора около 4), приливают 5 см³ буферного раствора, 1 см³ 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, см³;

0,004445 — концентрация раствора трилона Б по иттрию, г/см³;

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 освобожденного 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 см³.

Пипетки без деления на 25 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Стаканы стеклянные вместимостью 200 см³.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 100 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³.

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/см³.

Бумага индикаторная конго.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, растворы 70 г/дм³ и 0,05 моль/дм³.

Раствор трилона Б 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой. Коэф-

эффициент 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 см³ и растворяют при нагревании в смеси 30 см³ соляной кислоты с 20 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 25 см³ полученного раствора, разбавляют до 100 см³ водой, нейтрализуют по бумаге конго аммиаком до перехода окраски бумаги из синей в фиолетовую, добавляют 1 г уротропина, 5—7 капель раствора ксиленолового оранжевого и приливают раствор трилона Б 70 г/дм³ 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

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,004445 \cdot K \cdot V_1 \cdot 100}{m V_2},$$

где V — объем раствора хлористого цинка, израсходованный на титрование, см³;

0,004445 — концентрация раствора трилона Б по иттрию, г/см³;

K — коэффициент молярности раствора трилона Б;

V_1 — вместимость мерной колбы, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см³.

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. Карлов, Е. Г. Намврина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницина, Н. А. Суворова, Л. Н. Филимонов

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].