

## 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 pH 4,5—4,8 со смешанным индикатором, представляющим смесь кислородного 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>.

Бюретка 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,<br>% | Допускаемые расхождения,<br>% |
|----------------------------|-------------------------------|
| 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 ксиленолового 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. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разнидина, 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].