

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения суммы
редкоземельных элементов и церияMagnesium alloys.
Methods for determination of sum of rare-earth
elements and ceriumГОСТ
3240.16-76

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.78
до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения суммы редкоземельных элементов (при массовой доле редкоземельных элементов от 0,3 до 5,0%) и титриметрический метод определения церия (при массовой доле церия от 0,1 до 1,5%).

Метод основан на отделении редкоземельных элементов и церия от основной массы магния раствором тетраборнокислого натрия в присутствии хлористого аммония. Гидраты окислов металлов растворяют в соляной кислоте и выделяют оксалаты редкоземельных элементов.

Определение заканчивают прокаливанием оксалатов до получения окислов. Если в сплаве содержится церий, то осадок после прокалывания растворяют в кислоте, церий окисляют до четырехвалентного состояния и титруют раствором соли Мора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 3240.0—76.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:99.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:5.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 25%-ный раствор.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199—76, 2%-ный раствор.

Аммоний надсерноокислый по ГОСТ 20478—75, 15%-ный раствор.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, насыщенный и 3%-ный растворы.

Церий серноокислый закисный, 0,05 М раствор. Титр раствора устанавливают по щавелевой кислоте.

Метиловый оранжевый, 0,2%-ный раствор.

Ферроин, приготовление и хранение по ГОСТ 4919.1—77.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая по ГОСТ 4208—72 (соль Мора) и 0,02 М раствор. Титр раствора устанавливают по серноокислому церию. Для этого 10 см³ раствора сернокислого церия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, разбавляют 40 см³ воды, прибавляют 15 см³ 15%-ного раствора надсернокислого аммония, 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:5, и кипятят 5 мин. Затем осторожным вращением колбы удаляют кислород, охлаждают раствор, прибавляют две капли индикаторной смеси и титруют раствором соли Мора до появления розовой окраски.

Титр раствора сернокислого железа (T), выраженный в г/мл церия, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — количество церия, взятое для установки титра, г;

V — объем раствора сернокислого железа, израсходованный на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Массу навески сплава определяют в зависимости от массовой доли суммы редкоземельных элементов, как указано в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля редкоземельных элементов, %	Масса навески сплава, г
От 0,3 до 4,0	1
Св. 4,0 » 5,0	0,5

Пробу помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения.

Стенки стакана обмывают водой, прибавляют 50 см³ раствора хлористого аммония, нейтрализуют раствор аммиаком по метило-

вому оранжевому до желтой окраски, приливают 10 капель аммиака в избыток, охлаждают, прибавляют 100 см³ раствора тетраборнокислого натрия, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и оставляют стоять для коагуляции осадка. Через 40—50 мин раствор отфильтровывают, не перемешивая, через два фильтра средней плотности, переносят осадок на фильтр и промывают 5—6 раз раствором тетраборнокислого натрия.

Осадок растворяют на фильтре в 30 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают несколько раз горячей водой, раствор собирают в стакан, в котором растворяли пробу, выпаривают почти досуха.

Осадок растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:99, прибавляют 30 см³ воды, нагревают до кипения и осаждают редкоземельные элементы 50 см³ нагретого до кипения насыщенного раствора щавелевой кислоты, тщательно перемешивая в течение 5 мин стеклянной палочкой с резиновым наконечником.

Раствор с выпавшим осадком оставляют на 3—4 ч, а если содержание редкоземельных элементов незначительно, то до следующего дня. Затем осадок собирают на плотном фильтре и промывают 10—12 раз холодным 3%-ным раствором щавелевой кислоты.

Осадок с фильтром сушат, прокаливают в течение 1 ч при 950°С, охлаждают и взвешивают сумму редкоземельных элементов.

Для определения церия взвешенный осадок переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ и при нагревании растворяют в 20—30 см³ серной кислоты (1:5), затем раствор выпаривают до появления паров серной кислоты в течение 1,5 ч, приливают 10—15 см³ раствора надсернического аммония и кипятят 5—7 мин. Осторожно вращая колбу, удаляют кислород и охлаждают раствор, после чего прибавляют 1—2 капли ферроина и титруют церий раствором соли Мора до получения устойчивой розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю суммы редкоземельных элементов (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 0,82 \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса окислов редкоземельных элементов, г;

0,82 — средний коэффициент пересчета окислов редкоземельных элементов на чистые металлы;

m_1 — масса навески сплава, г.

4.2. Массовую долю церия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора серноокислого закисного железа, израсходованный на титрование, см³;

T — титр раствора серноокислого закисного железа, выраженный в г/мл церия;

m — масса навески сплава, г.

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений массовой доли редкоземельных элементов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля редкоземельных элементов, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,3 до 0,5	0,05
Св. 0,5 » 1,5	0,1
» 1,5 » 5,0	0,25

4.4. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений массовой доли церия не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля церия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,1 до 0,4	0,015
Св. 0,4 » 1,0	0,04
» 1,0 » 1,5	0,06

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль точности измерений массовой доли церия от 0,1 до 1,5% проводят с использованием Государственного стандартного образца ГСО 3363—86.

Кроме того, используют Государственные стандартные образцы магниевых сплавов, вновь выпущенные, а также отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315—78. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086—87.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли суммы редкоземельных элементов и церия методом добавок. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Канаев, В. А. Коренева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 3773—72	Разд. 2
ГОСТ 4199—76	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4208—72	Разд. 2
ГОСТ 4919.1—77	Разд. 2
ГОСТ 22180—76	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	Разд. 5
ГОСТ 8.315—78	Разд. 5

5. Срок действия продлен до 01.01.93 Постановлением Госстандарта СССР от 30.06.87 № 3009

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. [ИУС 11—87].