

**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ**

Методы определения скандия

ГОСТ**11739.25—90**Aluminium casting and wrought alloys
Methods for determination of scandium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91

до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле скандия от 0,02 до 2,0 %) и пламенно-фотометрический (при массовой доле скандия от 0,1 до 5,0 %) методы определения скандия.

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 параллельных определений.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СКАНДИЯ**2.1 Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, образовании при pH 3,5—3,6 разнометального комплекса скандий-молибден-арсенazo III, окрашенного в синий цвет, и фотометрировании при длине волны 675 нм. Окраска комплекса устойчива в течение суток.

Алюминий, железо, цинк, магний, литий определению не мешают. Влияние титана и циркония устраняют фотометрированием раствора пробы на фоне компенсирующей аликвотной части испытуемого раствора, в которую помимо всех реактивов введен трилон Б. При массовой доле меди более 0,5 % ее маскируют тиомочевинной.



2.2. Аппаратура, реактивы и растворы
Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.
рН-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и растворы 1 : 1, 1 : 4, 0,1 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 0,6 моль/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, плотностью 1,05 г/см³ и раствор 0,2 моль/дм³ плотностью 1,00 г/см³: 23 см³ уксусной кислоты плотностью 1,05 г/см³ помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 2 и 0,1 моль/дм³.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931, раствор: 25 г молибденовокислого натрия растворяют в 75 см³ воды и фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента»).

Индикатор метиловый оранжевый, раствор 0,5 г/дм³: 0,05 г реагента растворяют в 100 см³ воды и перемешивают.

Арсеназо III, свежеприготовленный раствор 1 г/дм³: 0,1 г реагента растворяют в 100 см³ воды и фильтруют через плотный фильтр («синяя лента»).

Буферный раствор рН 3,5: к 2000 см³ раствора уксусной кислоты 0,2 моль/дм³ приливают 300 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия. Значение рН контролируют на рН-метре.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,1 моль/дм³.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Скандия оксид по МРТУ 6—09—3066.

Стандартные растворы скандия

Раствор А: 0,7669 г оксида скандия растворяют в 30 см³ соляной кислоты при умеренном нагревании. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г скандия.

Раствор Б, свежеприготовленный: 1 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают 0,1 моль/дм³ раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г скандия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают осторожно 20 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и умеренно нагревают до растворения. К раствору добавляют по каплям азотную кислоту (при наличии в пробе меди до ее растворения), затем три капли в избыток, об-

мывают стенки колбы приблизительно 10 см³ воды и кипятят в течение 1—2 мин.

Одновременно в тех же условиях растворяют 0,25 г алюминия.

Таблица 1

Массовая доля скандия, ‰	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,02 до 0,1 включ	0,5	5—2,5
Св 0,1 » 0,5 »	0,25	2,5—2,0
» 0,5 » 1,0 »	0,25	2,0—1,0
» 1,0 » 2,0 »	0,1	1,0—0,5

Охлажденные растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. Две аликвотные части раствора из мерной колбы вместимостью 100 см³ согласно табл. 1 переносят в две мерные колбы вместимостью по 50 см³ (при наличии в пробе меди приливают к каждой аликвотной части по 3 см³ раствора тиомочевины и выдерживают 5 мин), приливают 15 см³ раствора азотной кислоты, 10 см³ раствора молибденовокислого натрия, 1 каплю индикатора метилового оранжевого, нейтрализуют соляной кислотой 1:4 до оранжево-розового окрашивания, в случае передозировки кислоты при появлении яркой малиновой окраски добавляют по каплям раствор гидроксида натрия 2 моль/дм³ до оранжево-розовой окраски, при этом рН раствора равен 3,5—3,6. К раствору приливают 2 см³ раствора арсеназо III, доливают буферным раствором с рН 3,5 до метки и перемешивают.

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 15 мин при длине волны 675 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит вторая аликвотная часть испытуемого раствора, в которую, помимо всех реагентов, перед добавлением арсеназо III вводят 1 см³ раствора трилона Б.

Массовую долю скандия рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.4. Построение градуировочного графика

В пять из шести мерных колб вместимостью по 50 см³ отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025 г скандия. Во все колбы добавляют соответствующую аликвотную часть раствора алюминия и далее поступают так, как указано в пп. 2.3.2 и 2.3.3, за исключением того, что при измерении оптической плотности раствором сравнения служит раствор, содержащий все реагенты, кроме стандартного раствора скандия.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам скандия строят градуировочный график.

2.4 Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю скандия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса скандия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 2

Массовая доля скандия,	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,020 до 0,050 включ.	0,008	0,010
Св 0,050 » 0,100 »	0,015	0,020
0,10 » 0,25 »	0,02	0,03
0,25 » 0,50 »	0,04	0,06
0,50 » 1,00 »	0,06	0,08
1,00 » 2,00 »	0,12	0,15
2,00 » 5,00 »	0,20	0,25

3. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СКАНДИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и последующем измерении интенсивности излучения скандия при длине волны 607,3 нм в пламени ацетилен-закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или спектрофотометр атомно-абсорбционный, работающий в режиме эмиссии.

Ацетилен по ГОСТ 5457, очищенный серной кислотой.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и раствор 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм³.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм³.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 50 г/дм³: 25 г алюминия помещают в стакан вместимостью 600 см³, приливают 400 см³ раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании, добавляя 1 см³ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Скандия оксид по МРТУ 6—09—3066.

Стандартный раствор скандия — раствор А по п. 2.2.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г скандия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают осторожно 20 см³ раствора соляной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и умеренно нагревают до растворения, к раствору добавляют по каплям азотную кислоту (при наличии в пробе меди до ее растворения), 3 капли в избыток, обмывают стенки колбы приблизительно 10 см³ воды и кипятят в течение 1—2 мин. Охлажденный до комнатной температуры раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля скандия, %	Объем аликвотной части раствора, см ³	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,1 до 0,5 включ	50	0,25
Св 0,5 » 5,0 »	10	0,05

Аликвотную часть раствора согласно табл. 3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 3.3.1, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3.3.3. Построение градуировочных графиков

3.3.3.1. При массовой доле скандия от 0,1 до 0,5% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 5 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г скандия, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты, по 10 см³ раствора хлористого аммония.

3.3.3.2. При массовой доле скандия от 0,5 до 5,0% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 1 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г скандия, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты, по 10 см³ раствора хлористого аммония.

3.3.3.3. Растворы в колбах по пп. 3.3.3.1 и 3.3.3.2 доливают водой до метки и перемешивают.

3 3 4 Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-закись азота и измеряют интенсивность излучения скандия при длине волны 607,3 нм

По полученным значениям интенсивности излучения и соответствующим им массовым концентрациям скандия строят градуировочный график

Массовую концентрацию скандия в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3 4 Обработка результатов

3 4 1 Массовую долю скандия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

где C_1 — массовая концентрация скандия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³,

C_2 — массовая концентрация скандия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³,

V — объем раствора пробы, см³,

m — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

3 4 2 Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл 2

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, В. А. Осипова, канд. хим. наук

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. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2 2	ГОСТ 6344—73	2 2
ГОСТ 3118—77	2 2, 3 2	ГОСТ 10652—73	2 2
ГОСТ 3773—76	3 2	ГОСТ 10931—74	2 2
ГОСТ 4038—79	3 2	ГОСТ 11069—74	2 2, 3 2
ГОСТ 4328—77	2 2	ГОСТ 25086—87	1 1
ГОСТ 4461—77	2 2, 3 2	МРТУ 6—09—3066—	2 2, 3 2
ГОСТ 5457—75	3 2	—76	