



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

# МАГНІЙ ТА МАГНІЄВІ СПЛАВИ

Хімічний аналіз

Визначення рідкісноземельних елементів  
гравіметричним методом  
(ISO 2355:1972, IDT)

ДСТУ ISO 2355:2013

*Видання офіційне*



БЗ № 11–2013/402

Київ  
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ  
2014

## ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет «Легкі, рідкісноземельні метали, вуглецеві та напівпровідникові матеріали» (ТК 10)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: Л. Лайко (науковий керівник)

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України від 29 листопада 2013 р. № 1424 з 2014–07–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 2355:1972 Chemical analysis of magnesium and its alloys — Determination of rare earth — Gravimetric method (Хімічний аналіз магнію та його сплавів. Визначення рідкісноземельних елементів. Гравіметричний метод)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

---

Право власності на цей документ належить державі.  
Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю або частково  
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.  
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2014

**ЗМІСТ**

	с.
Національний вступ .....	IV
1 Сфера застосування .....	1
2 Суть методу .....	1
3 Реактиви .....	1
4 Устаткування .....	2
5 Відбирання проб .....	2
6 Випробування .....	2
7 Опрацювання результатів .....	4
8 Протокол випробування .....	4

## НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є переклад ISO 2355:1972 Chemical analysis of magnesium and its alloys — Determination of rare earth — Gravimetric method (Хімічний аналіз магнію та його сплавів. Визначення рідкісноземельних елементів. Гравіметричний метод).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 10 «Легкі, рідкісноземельні метали, вуглецеві та напівпровідникові матеріали».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- слова «Цей міжнародний стандарт» замінено на «Цей стандарт»;
- структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмова», «Зміст», «Національний вступ», першу сторінку та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;

- позначки одиниць фізичних величин замінено згідно із серією стандартів ДСТУ 3651–97 Метрологія. Одиниці фізичних величин: «мл» на «см<sup>3</sup>», «л» на «дм<sup>3</sup>».

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

**МАГНІЙ ТА МАГНІЄВІ СПЛАВИ**

Хімічний аналіз

Визначення рідкісноземельних елементів  
гравіметричним методом

**МАГНИЙ И МАГНИЕВЫЕ СПЛАВЫ**

Химический анализ

Определение редкоземельных элементов  
гравиметрическим методом

**MAGNESIUM AND MAGNESIUM ALLOYS**

Chemical analysis

Determination of rare earth by gravimetric method

---

Чинний від 2014-07-01

**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт установлює гравіметричний метод визначання рідкісноземельних елементів у магнієвих сплавах.

Цей метод застосовний для визначення вмісту рідкісноземельних елементів із масовою часткою (0,2—10,0) %, за відсутності торію.

**2 СУТЬ МЕТОДУ**

2.1 Розчинення в соляній кислоті.

2.2 Осадження цирконію аміаком і фільтрація.

2.3 Попереднє відокремлення рідкісноземельних елементів у фільтраті у формі себацинатів в аміачному середовищі.

2.4 Розчинення двох осадів і повторне осадження рідкісноземельних елементів у формі оксалатів.

2.5 Прожарювання та зважування оксидів рідкісноземельних елементів.

**3 РЕАКТИВИ**

Під час аналізування використовують тільки дистильовану воду або воду рівнозначної чистоти.

3.1 Амонію хлорид ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ).

3.2 Кислота соляна,  $\rho$  1,19 г/см<sup>3</sup>, розчин приблизно 12 н.

3.3 Аміак,  $\rho$  0,95 г/см<sup>3</sup>, розчин приблизно 7 н.

Розбавляють водою 50 см<sup>3</sup> розчину аміаку ( $\rho$  0,90 г/см<sup>3</sup>), приблизно 14 н., доводять до об'єму 100 см<sup>3</sup> та перемішують.

**3.4 Аміак**,  $\rho$  0,97 г/см<sup>3</sup>, розчин приблизно 3,5 н.

Розбавляють водою 25 см<sup>3</sup> розчину аміаку ( $\rho$  0,90 г/см<sup>3</sup>), приблизно 14 н., доводять до об'єму 100 см<sup>3</sup> та перемішують.

**3.5 Аміак**, розчин приблизно 0,3 н.

Розбавляють водою 2 см<sup>3</sup> розчину аміаку ( $\rho$  0,90 г/см<sup>3</sup>), приблизно 14 н., доводять до об'єму 100 см<sup>3</sup> та перемішують.

**3.6 Водню пероксид** ( $\rho$  приблизно 1,12 г/см<sup>3</sup>), розчин приблизно 33 % (за масою).

**3.7 Кислота азотна/пероксид водню**, розчин.

Розбавляють 30 см<sup>3</sup> пероксиду водню (3.6) у 150 см<sup>3</sup> води та додають 30 см<sup>3</sup> азотної кислоти ( $\rho$  1,40 г/см<sup>3</sup>), розчин приблизно 15 н.

**3.8 Кислота себацінова**, аміачний розчин 50 г/дм<sup>3</sup>.

Розчиняють 50 г себацінової кислоти [HOOC(CH<sub>2</sub>)<sub>8</sub>COOH] у 400 см<sup>3</sup> розчину аміаку ( $\rho$  0,90 г/см<sup>3</sup>), приблизно 14 н., та 300 см<sup>3</sup> води. Фільтрують, доводять водою до об'єму 1000 см<sup>3</sup>.

**3.9 Кислота щавлева**, розчин, насичений за кімнатної температури.

Розчиняють 150 г щавлевої кислоти в 1000 см<sup>3</sup> гарячої води. Охолоджують та фільтрують.

**3.10 Кислота щавлева**, промивний розчин.

Розчиняють 70 см<sup>3</sup> щавлевої кислоти (3.9) у 500 см<sup>3</sup> води.

**3.11 Бромфеноловий синій**, лужний розчин 4 г/дм<sup>3</sup>.

Поміщають 0,4 г бромфенолового синього в ступку, додають 8,25 см<sup>3</sup> розчину гідроксиду натрію концентрацією 5 г/дм<sup>3</sup> та розтирають до повного розчинення. Переміщують кількісно в мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, доводять до позначки водою та перемішують.

## 4 УСТАТКОВАННЯ

**4.1 Звичайне лабораторне устаткування.**

Перевіряють усі мірні посудини відповідно до чинних стандартів.

**4.2 рН-метр.**

## 5 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

**5.1 Лабораторна проба<sup>1)</sup>**

**5.2 Випробна проба**

Стружка завтовшки не більше ніж 1 мм, отримана фрезеруванням або свердлінням.

## 6 ВИПРОБУВАННЯ

**6.1 Випробна проба**

Зважують із точністю до 0,001 г 3 г випробної проби (5.2) для визначення вмісту рідкісно-земельних елементів із масовою часткою (0,2—2) %; 2 г проби для визначення вмісту рідкісно-земельних елементів із масовою часткою (2—5) %; й 1 г проби для визначення вмісту рідкісно-земельних елементів із масовою часткою (5—10) %.

**6.2 Визначення**

**6.2.1 Дія на випробну пробу та готування випробного розчину**

Поміщають випробну пробу в хімічний стакан відповідної місткості (наприклад, 400 см<sup>3</sup>) із годинниковим склом; додають 75 см<sup>3</sup> води, а потім невеликими порціями 8,5 см<sup>3</sup> соляної кислоти (3.2) для кожного грама випробної проби.

<sup>1)</sup> Стандарт щодо відбирання проб із постачуваних партій буде розроблено Технічним комітетом ISO/TC 69 Застосування статистичних методів, будуть прийняті основні елементи.

Після завершення реакції розчин кип'ятять кілька хвилин. У разі появи залишку фільтрують через фільтр середньої щільності, промивають стакан і залишок (4—5) разів гарячою водою, додають промивки випробного розчину до фільтрату (залишок відкидають). Доводять об'єм приблизно до 100 см<sup>3</sup> розведенням або випарюванням і потім охолоджують.

**Примітка.** У разі аналізування сплавів, що містять срібло, фільтр треба обгорнути тонким шаром м'якої целюлозної пульпи перед фільтрацією.

#### **6.2.2 Осаджування гідроксиду цирконію**

Додають до розчину 3 краплі розчину бромфенолового синього (3.11) та нейтралізують спочатку розчином аміаку (3.3), доки індикатор не набуде пурпурного забарвлення, потім розчином аміаку (3.4). Нагрівають до кипіння, прибирають стакан, дають осаду осісти, періодично помішуючи 5 хв.

Фільтрують через швидкий фільтр, ретельно промивають осад киплячою водою. Зберігають фільтрат (який містить найбільшу кількість рідкісноземельних елементів) та змивки, переконавшись, що загальний об'єм не перевищує 250 см<sup>3</sup> (фільтрат А).

Розчиняють осад на фільтрі невеликими порціями 10 см<sup>3</sup> киплячого розчину азотної кислоти/пероксиду водню (3.7), фільтрат та змивки збирають у стакан, який використовували для осаду. Після додавання кожної порції розчину азотної кислоти (3.7) осад промивають киплячою водою. Наприкінці фільтр промивають гарячою водою (5—6) разів. Випарюють розчин до 25 см<sup>3</sup> та зберігають (фільтрат В).

#### **6.2.3 Перше осаджування рідкісноземельних елементів**

Додають у фільтрат А (див. 6.2.2) 10 г хлориду амонію (3.1). За допомогою рН-метра (4.2) доводять показник рН розчину до 8,5 додаванням розчину аміаку (3.3), потім розчину аміаку (3.4). Наприкінці додають 10 см<sup>3</sup> розчину аміаку (3.4) в надлишок.

Нагрівають на гарячій плиті до температури 90 °С, прибирають стакан і, перемішуючи, додають 20 см<sup>3</sup> розчину себацінової кислоти (3.8). Дають осісти, періодично помішуючи протягом 15 хв.

Фільтрують через середній тканинний фільтр та ретельно промивають розчином аміаку (3.5). За наявності цинку ще раз промивають осад 20 см<sup>3</sup> розчину аміаку (3.3).

Поміщають фільтр з осадом у фарфоровий тигель, попередньо прожарений за температури 950 °С, охолоджений в ексикаторі та зважений, в електропіч за температури (750—800) °С приблизно на 30 хв. Виймають тигель із печі й охолоджують.

#### **6.2.4 Осаджування рідкісноземельних оксидів**

Кількісно переміщують уміст тигля в стакан, що містить фільтрат В (див. 6.2.2). Нагрівають розчин та потім додають (2 або 3) краплі пероксиду водню (3.6) до повного розчинення рідкісноземельних оксидів.

Виймають стакан від джерела тепла, промивають стінки та розбавляють приблизно до 125 см<sup>3</sup>. Помішуючи, повільно додають 25 см<sup>3</sup> розчину щавлевої кислоти (3.9). Поміщають стакан у киплячу водяну баню на 30 хв. Потім дають настоятися 12 год (одну ніч) за температури навколишнього середовища.

#### **6.2.5 Фільтрація, промивання та зважування**

Фільтрують осад через тканинний фільтр, ретельно промиваючи промивним розчином (3.10).

Поміщають фільтр з осадом у фарфоровий тигель, який використовували раніше (див. 6.2.3), поступово нагрівають фільтр приблизно до температури 500 °С до повного згоряння фільтра, потім прожарюють за температури 950 °С до отримання постійної маси. Зважують після охолодження в ексикаторі, що містить безводний перхлорат магнію.

## 7 ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Уміст рідкісноземельних елементів у відсотках за масою обчислюють за формулою:

$$\frac{m_1 \cdot F \cdot 100}{m_0},$$

де  $m_1$  — маса зважених оксидів рідкісноземельних елементів, г;  
 $F$  — перевідний коефіцієнт перерахування мішметалу 0,832;  
 $m_0$  — маса випробної проби, г.

**Примітка.** Якщо рідкісноземельні елементи надано у складі, що відрізняється від мішметалу, треба враховувати такі коефіцієнти:

La 0,852 7;  
Ce 0,814 1;  
Pr 0,827 7;  
Nd 0,857 4;  
Didymium 0,853 (дидим).

## 8 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування має містити такі дані:

- a) посилання на використаний метод;
- b) результати та метод їхнього вираження;
- c) будь-які відхилення, що виникли в процесі випробування;
- d) будь-які операції, не передбачені цим стандартом або які вважають необов'язковими.

---

Код УКНД 77.120.20

**Ключові слова:** гравіметричний аналіз, магній, магнієві сплави, рідкісноземельні елементи, хімічний аналіз.

---

Редактор Л. Ящук  
Технічний редактор О. Марченко  
Коректор Т. Калита  
Верстальник Т. Олексюк

---

Підписано до друку 17.09.2014. Формат 60 × 84 1/8.  
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. *1426* Ціна договірна.

---

Виконавець  
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр  
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)  
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,  
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647