

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ**Метод определения самария**

Alloys and foundry alloys of rare metals.
Method for determination of samarium

**ГОСТ
25278.8—82**

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.83
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения самария (от 35 до 40%) в бинарных сплавах самарий—кобальт.

Метод основан на образовании комплексонов самария и кобальта, последующем разрушении комплексонов самария фторидом и титровании освободившегося трилона Б раствором цинка при рН 5,0—5,5 с индикатором кислородным оранжевым.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 26473.0—85.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Бюретка вместимостью 50 и 10 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 1:5.

Уротропин по ГОСТ 1381—73, раствор 150 г/дм³.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, раствор 40 г/дм³.

Индикаторная бумага конго.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 1 мг/см³.

Соль динатриевая этилендиамина-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, растворы 70 г/дм³ и 0,025 моль/дм³.

Раствор трилона Б 0,025 моль/дм³; готовят следующим образом: 9,3 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).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10—15 см³ соляной кислоты и 10—15 см³ азотной кислоты, обмывают стенки колбы 10—15 см³ воды и нагревают до полного растворения пробы. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают (раствор может быть использован для последующего определения по ГОСТ 25278.5—82).

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 10 см³ полученного раствора, разбавляют до 100 см³ водой, нейтрализуют по бумаге конго аммиаком до перехода окраски бумаги конго из синей в фиолетовую, добавляют 10 см³ раствора уротропина (рН раствора 5,0—5,5 проверяют по универсальной индикаторной бумаге), прибавляют 3—5 капель раствора ксиленолового оранжевого и приливают раствор трилона Б 70 г/дм³ до изменения окраски раствора из фиолетовой в розовую. Избыток трилона Б титруют раствором цинка до перехода окраски из розовой в фиолетовую. Добавляют 30 см³ раствора фторида натрия, хорошо перемешивают, дают постоять 40—50 мин и титруют высвободившийся трилон Б, количество которого эквивалентно количеству самария, раствором цинка до появления устойчивой малиновой окраски.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю самария (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,003759 \cdot K \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m}$$

где V — объем раствора хлористого цинка, израсходованный на титрование, см^3 ;

0,003759 — концентрация раствора трилона Б по самарию, $\text{г}/\text{см}^3$;

K — коэффициент молярности раствора трилона Б;

V_1 — вместимость мерной колбы, см^3 ;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см^3 ;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать 0,5%.

Разд. 4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР****ИСПОЛНИТЕЛИ**

Ю. А. Карпов, Е. Г. Намерина, 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 раздела, пункта
ГОСТ 1381—73	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 4463—76	Разд. 2
ГОСТ 10398—76	Разд. 2
ГОСТ 10652—73	Разд. 2
ГОСТ 25278.5—82	Разд. 3
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].