УДК 669.85/.86.018 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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 комплексонатов самария и кобальта, последующем разрушении комплексоната самария фторидом и титровании освободившегося трилона Б раствором цинка при pH 5,0—5,5 с индикатором ксиленоловым 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 $см^3$.
Пипетки без деления на 25 $см^3$.
Колбы конические вместимостью 250 $см^3$.
Стаканы стеклянные вместимостью 200 $см^3$.
Мензурки мерные вместимостью 50 и 100 $см^3$.
Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 $см^3$.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

gost.e-ecolog.ru

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:5.

Уротропин по ГОСТ 1381—73, раствор 150 г/дм^3.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, раствор 40 г/дм^3.

Индикаторная бумага конго.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 1 мг/см^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, растворы 70 г/дм^3 и 0,025 моль/дм^3.

Раствор трилона Б 0,025 моль/дм^3; готовят следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, 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 см^3, приливают 10—15 см^3 соляной кислоты и 10—15 см^3 азотной кислоты, обмывают стенки колбы 10—15 см^3 воды и нагревают до полного растворения пробы. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и перемешивают (раствор может быть использован для последующего определения по ГОСТ 25278.5—82).

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают 10 см^3 полученного раствора, разбавляют до 100 см^3 водой, нейтрализуют по бумаге конго аммиаком до перехода окраски бумаги конго из синей в фиолетовую, добавляют 10 см^3 раствора уротропина (pH раствора 5,0—5,5 проверяют по универсальной индикаторной бумаге), прибавляют 3—5 капель раствора ксиленолового оранжевого и приливают раствор трилона Б 70 г/дм^3 до изменения окраски раствора из фиолетовой в розовую. Избыток трилона Б титруют раствором цинка до перехода окраски из розовой в фиолетовую. Добавляют 30 см^3 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, г/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. Намврина, 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).

gost.e-ecolog.ru