

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 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 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, см³;

0,003759 — концентрация раствора трилона Б по самарию, г/см³;

K — коэффициент молярности раствора трилона Б;

V_1 — вместимость мерной колбы, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см³;

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. Намарина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малюткина, 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].