

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

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

ОКЕСТУ 1709

**ГОСТ  
25278.8—82**

<b>Срок действия</b>	<b>с 01.07.83</b>
	<b>до 01.07.93</b>

**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, Изд. № 1).

### 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Бюrette вместимостью 50 и 10 см<sup>3</sup>.

Пипетки без деления на 25 см<sup>3</sup>.

Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Стаканы стеклянные вместимостью 200 см<sup>3</sup>.

Мензуруки мерные вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, раствор 40 г/дм<sup>3</sup>.

Индикаторная бумага конго.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 1 мг/см<sup>3</sup>.

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

Раствор трилона Б 0,025 моль/дм<sup>3</sup>; 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, приливают 10—15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 10—15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, обмывают стенки колбы 10—15 см<sup>3</sup> воды и нагревают до полного растворения пробы. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают (раствор может быть использован для последующего определения по ГОСТ 25278.5—82).

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают 10 см<sup>3</sup> полученного раствора, разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой, нейтрализуют по бумаге конго аммиаком до перехода окраски бумаги конго из синей в фиолетовую, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> до изменения окраски раствора из фиолетовой в розовую. Избыток трилона Б титруют раствором цинка до перехода окраски из розовой в фиолетовую. Добавляют 30 см<sup>3</sup> 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 ма-линовой окраски.

### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

53

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

где  $V$  — объем раствора хлористого цинка, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,003759 — концентрация раствора трилона Б по самарнию, г/см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент молярности раствора трилонса Б;

$V_1$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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, Изд. № 1).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

### **ИСПОЛНИТЕЛИ**

Ю. А. Карпов, Е. Г. Намарина, В. Г. Мискарянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилкин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разинцова, Н. А. Суторова, 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 даны ссылки	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).**