

Изменение № 1 ГОСТ 25278.16—87 Сплавы и лигатуры редких металлов.

Методы определения рения

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2755

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводную часть дополнить словами: «дифференциальный фотометрический метод определения рения (от 20 до 50 %) — в бинарных сплавах титан-рений».

Пункты 2.1, 3.1, 4.1. Исключить ссылку: ГОСТ 36—78.

Пункты 2.1, 3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Дифференциальный фотометрический метод определения рения с тиомочевиной

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения рения (IV) с тиомочевиной в солянокислой среде в присутствии двухлористого олова (восстановителя). Оптическую плотность растворов измеряют по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,0 мг рения. Титан определению не мешает.

5.1. А п а р а т у р а , р е а к т и в ы и р а с т в о р ы

Спектрофотометр СФ-26 или аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Весы технические.

(Продолжение см. с. 34)

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 500—600 °С.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 см³.

Пипетки с делениями на 2, 5 и 10 см³.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 100 — 150 см³.

Тигли никелевые вместимостью 30 см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор 100 г/дм³.

Олово двуххлористое, раствор 200 г/дм³, готовят в день употребления: 2,0 г двуххлористого олова растворяют при нагревании в 50 см³ соляной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Калий рениевокислый (перренат калия).

Стандартный раствор рения (запасной), содержащий 1 мг/см³ рения: 0,1550 г перрената калия растворяют при нагревании в воде. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Раствор рения (рабочий), содержащий 100 мкг/см³, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 10 раз.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в никелевый тигель, добавляют на кончике шпателя азотнокислый натрий, 2 г гидроокиси натрия и сплавляют в муфеле при температуре 500—550 °С до получения прозрачного плава. Плав растворяют в 20—40 см³ горячей воды в стакане вместимостью 150 см³ при нагревании, прибавляют 20—30 см³ соляной кислоты до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки.

Для определения рения в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть полученного раствора (5—10 см³), содержащую 2,1—2,7 мг рения, приливают 10 см³ соляной кислоты, 5 см³ раствора двуххлористого олова, перемешивая после добавления каждого реагента и доводят водой до метки.

Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре СФ-26 при $\lambda = 390$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,0 мг рения.

Массу рения находят по градуировочному графику или пользуясь градуировочным фактором.

(Продолжение см. с. 35)

5.2.2. Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью 50 см³ каждая вводят по 2 см³ стандартного раствора рения, а затем последовательно, начиная со второй колбы, добавляют 1, 2, 3, 4, 5, 6 и 7 см³ рабочего раствора рения, что соответствует 2,0; 2,1; 2,2; 2,3; 2,4; 2,5; 2,6 и 2,7 мг рения. Приливают 10 см³ соляной кислоты и далее поступают, как описано в п. 5.2.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам рения строят градуировочный график или вычисляют градуировочный фактор по ГОСТ 26473.0—85, п. 16.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю рения (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 + A \cdot F) \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10},$$

где m_1 — масса титана в растворе сравнения, мг;

A — оптическая плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения;

F — градуировочный фактор;

V — вместимость мерной колбы, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

V_1 — объем аликовтной части раствора, см³;

5.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать допускаемые расхождения, приведенные в табл. 4.

Т а б л и ц а 4

Массовая доля рения, %	Допускаемые расхождения, %
20,0	0,5
30,0	0,7
40,0	0,9
50,0	1,1

(ИУС № 6 1998 г.)