УДК 669.85/.86.018:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Методы определения рения

Alloys and foundry alloys of rare metals. Methods for determination of rhenium

ГОСТ 25278.16—87

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.88
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения рения с диметилглиоксимом в бинарных сплавах на основе гафния (от 1 до 10 %), в бинарных сплавах на основе ниобия (от 5 до 10 %), в бинарных сплавах на основе вольфрама (от 1 до 25 %) и в сплавах на основе тантала, содержащих гафний и вольфрам; дифференциальный фотометрический метод определения рения (от 25 до 50 %) в бинарных сплавах ниобий-рений; фотометрический метод определения рения с тиомочевиной в бинарных сплавах на основе молибдена (от 20 до 50 %) и в бинарных сплавах на основе вольфрама (от 0,5 до 30 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕНИЯ С ДИМЕТИЛГЛИОКСИМОМ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения рения (IV) с диметилглиоксимом в сернокислом растворе. В качестве восстановителя применяют двухлористое олово. Гафний, цирконий определению не мешают. Ниобий маскируют перекисью водорода, тантал и вольфрам — лимонной кислотой.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

gost.e-ecolog.ru

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 $см^3$ и 1 $дм^3$.
Микробюретка вместимостью 5 $см^3$.
Пипетки с делениями на 5 $см^3$.
Пипетки без деления на 5 и 10 $см^3$.
Колбы конические вместимостью 100 $см^3$.
Стекла часовые диаметром 40 мм.
Тигли никелевые.
Кислота серная по ГОСТ 4204–77 и разбавленная 1:1.
Кислота соляная по ГОСТ 3118–77, разбавленная 1:1.
Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769–78.
Водорода перекись по ГОСТ 10929–76.
Аммиак водный по ГОСТ 3760–79.
Калия гидроокись и раствор 10 $г/дм^3$.
Кислота лимонная по ГОСТ 3652–69, раствор 100 $г/дм^3$.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300–72.
Ацетон по ГОСТ 2603–79.
Диметилглиоксим по ГОСТ 5828–77, спиртовый (ацетоновый) раствор 10 $г/дм^3$.

Олово двухлористое по ГОСТ 36–78, раствор 100 $г/дм^3$, готовят в день употребления: 10 г двухлористого олова растворяют при нагревании в 15 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и разбавляют водой до 100 $см^3$.

Рений металлический, содержащий не менее 99,9 % рения.

Стандартный раствор рения (запасной), содержащий 1 $мг/см^3$ рения: 0,1 г металлического рения растворяют при нагревании в 2–3 $см^3$ перекиси водорода. Полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой.

Раствор рения (рабочий), содержащий 100 $мкг/см^3$ рения, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 10 раз.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. *Для сплавов на основе ниобия или гафния*

Навеску анализируемой пробы массой 0,2 г (при массовой доле рения от 1 до 4 %) или 0,1 г (при массовой доле рения от 4 до 10 %) помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют при нагревании на горячей электроплитке в 3 $см^3$ концентрированной серной кислоты в присутствии 3 г сернокислого аммония, накрыв колбу часовым стеклом (растворение происходит в течение 10–15 мин).

Прозрачный плав охлаждают и растворяют при нагревании в 30 $см^3$ воды, содержащей 2 $см^3$ перекиси водорода, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ (при массовой доле рения от 1 до 4 %) или 250 $см^3$ (при массовой доле рения от 4 до 10 %) охлаждают и доводят водой до метки.

2.2.2. *Для сплавов на основе тантала*

Навеску анализируемой пробы массой 0,2 г помещают в никелевый тигель, добавляют 4 г гидроокиси калия и сплавляют в муфеле при температуре 600–700°С до получения однородного плава. Плав выщелачивают

горячим раствором гидроокиси калия 10 г/дм^3; раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки раствором гидроокиси калия.

2.2.3. *Для сплавов на основе вольфрама*

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 15 см^3 перекиси водорода, накрывают колбу часовым стеклом и оставляют при комнатной температуре на 30–40 мин. Затем слабо нагревают до полного растворения навески. К охлаждаемому раствору осторожно, по каплям, добавляют 1 см^3 аммиака (появляется желтое окрашивание) и снова слабо нагревают до обесцвечивания раствора. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (при массовой доле рения от 1 до 5 %) или 250 см^3 (при массовой доле рения от 5 до 20 %), охлаждают и доводят водой до метки.

2.2.4. Для определения рения в мерную колбу вместимостью 50 см^3 отбирают аликвотную часть раствора (4,5 или 10 см^3), содержащую 100 – 500 мкг рения. При анализе сплава на основе тантала аликвотную часть отбирают от щелочного раствора, отфильтрованного через сухой фильтр средней плотности, или отбирают аликвотную часть из прозрачной части раствора после отстаивания осадка до следующего дня.

Добавляют 2 см^3 раствора лимонной кислоты (для сплавов на основе тантала, вольфрама), приливают 4,5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, до 15 см^3 воды, 5 см^3 раствора диметилглиоксима, 3 см^3 раствора двухлористого олова, перемешивая растворы после добавления каждого реактива, доводят до метки водой, перемешивают.

Через 1 ч измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = 440 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

Массу рения находят по градуировочному графику.

2.2.5. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вводят из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 рабочего раствора рения, что соответствует 100, 200, 300, 400 и 500 мкг рения. Приливают 2 см^3 раствора лимонной кислоты (для сплавов на основе тантала или вольфрама), 4,5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, до 15 см^3 воды, 5 см^3 раствора диметилглиоксима, 3 см^3 раствора двухлористого олова, перемешивая растворы после добавления каждого реактива, доводят водой до метки и снова перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = 440 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах оптическая плотность – масса рения. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10},$$

где m – масса рения, найденная по градуировочному графику, мг;

V – вместимость мерной колбы, см^3;

V_1 – объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см^3;

m_1 – масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля рения, %	Допускаемые расхождения, %
1,0	0,1
5,0	0,2
10,0	0,4
20,0	0,8
25,0	1,2

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕНИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения рения (IV) с диметилглиоксимом в сернокислой среде. Оптическую плотность растворов измеряют по отношению к раствору сравнения, содержащему 1,0 мг рения. Ниобий маскируют перекисью водорода.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр марки СФ-26 или аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200 и 250 см^3.

Микробюретка вместимостью 5 см^3.

Пипетки с делениями на 5 и 10 см^3.

Колбы конические вместимостью 50 см^3.

Стекла часовые диаметром 40 мм.

Кислота серная по ГОСТ 4204–77, разбавленная 1:1, и раствор 2 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118–77, разбавленная 1:1.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769–78.

Водорода перекись по ГОСТ 10929–76.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300–72.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828–77, спиртовой раствор 10 г/дм^3.

Олово двухлористое по ГОСТ 36 78, раствор 100 г/дм^3, готовят в день употребления: 10 г двухлористого олова растворяют при нагревании в 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и разбавляют водой до 100 см^3.

Раствор реактивов: к 100 см³ серной кислоты 2 моль/дм³ добавляют 2 см³ перекиси водорода и разбавляют водой до 250 см³.

Калий рениевокислый.

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

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

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,2 г (при массовой доле рения от 25 до 30 %) или 0,15 г (при массовой доле рения 40 %), или 0,1 г (при массовой доле рения 50 %) помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и растворяют при нагревании на горячей электроплитке в 3 см³ концентрированной серной кислоты в присутствии 0,3 г сернокислого аммония, накрыв колбу часовым стеклом (растворение происходит в течение 10–15 мин).

Прозрачный раствор охлаждают, добавляют 30–40 см³ воды, содержащей 2 см³ перекиси водорода, нагревают до кипения, охлаждают и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 200 см³ (при массовой доле рения от 30 до 40 %) или 250 см³ (при массовой доле рения от 40 до 50 %), доводят до метки водой.

3.2.2. Для определения рения в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора (5 см³), содержащую 1,1–1,3 мг рения (и не более 3 мг ниобия), добавляют 3 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 15 см³ воды, 5 см³ раствора диметилглиоксима, 4 см³ раствора двухлористого олова, перемешивая после добавления каждого реактива (прибавление реактивов нужно производить быстро), доводят до метки водой.

Через 2 ч (окрашенные растворы устойчивы 6 ч) измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при $\lambda = 440$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 1,0 мг рения: в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают 10 см³ рабочего раствора рения, 5 см³ раствора реактивов, добавляют 3 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 15 см³ воды, 5 см³ раствора диметилглиоксима, 4 см³ раствора двухлористого олова, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой. Через 3 ч раствор используют в качестве раствора сравнения.

3.2.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят 10,0; 11,0; 12,0 и 13,0 см³ рабочего раствора рения, что соответствует 1,0; 1,1; 1,2 и 1,3 мг рения. Приливают 5 см³ раствора реактивов, добавляют 3 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 15 см³ воды, 5 см³ раствора диметилглиоксима, 4 см³ раствора двухлористого олова, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой.

Через 2 ч измеряют оптическую плотность растворов, содержащих 1,1–1,3 мг рения, по отношению к раствору, содержащему 1,0 мг рения,

на спектрофотометре при λ = 440 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах оптическая плотность – масса рения. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10},$$

где m – масса рения, найденная по градуировочному графику, мг;

V – вместимость мерной колбы, см^3;

V_1 – объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см^3;

m_1 – масса навески анализируемой пробы, г.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля рения, %	Допускаемые расхождения, %
25,0	0,7
30,0	0,8
40,0	1,1
50,0	1,4

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕНИЯ С ТИОМОЧЕВИНОЙ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения рения (IV) с тиомочевиной в солянокислой среде. В качестве восстановителя применяют двухлористое олово. Вольфрам и молибден маскируют винной кислотой.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы мерные вместимостью 25, 100 и 1000 см^3.

Микробюретка вместимостью 5 см^3.

Пипетки с делениями на 5 см^3.

Пипетки без деления на 5 и 10 см^3.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Стекла часовые диаметром 40 мм.

Баня водяная.

Водорода перекись по ГОСТ 10929–76.

Кислота винная по ГОСТ 5817–77, растворы 30 и 150 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118–77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760–79.

Тиомочевина по ГОСТ 6344–73, раствор 100 г/дм^3.

Олово двухлористое по ГОСТ 36–78, раствор 200 г/дм^3, готовят в день употребления: 20 г двухлористого олова растворяют при нагревании в 50 см^3 соляной кислоты, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

Аммоний рениевокислый.

Стандартный раствор рения (запасной), содержащий 0,2 мг/см^3, готовят одним из двух способов:

Способ 1: 0,2882 г перрената аммония растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой.

Способ 2: 0,3100 г перрената калия растворяют при нагревании в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, охлаждают, доводят до метки водой.

Раствор рения (рабочий), содержащий 50 мкг/см^3 рения, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 4 раза.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании на водяной бане в 10 см^3 перекиси водорода, накрыв колбу часовым стеклом и добавляя дополнительно по мере необходимости перекись водорода до полного растворения сплава. По растворении навески стенки колбы и часовое стекло смывают 5–10 см^3 воды, раствор охлаждают. Добавляют осторожно, по каплям аммиак (3–4 см^3) до обесцвечивания раствора и окончания выделения пузырьков. Раствор кипятят несколько минут для полного разрушения перекиси водорода, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 20 см^3 раствора винной кислоты 150 г/дм^3, охлаждают, доводят до метки водой. Раствор разбавляют еще раз (при ожидаемой массовой доле рения более 5 %): в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой 10 см^3 раствора и доводят до метки раствором винной кислоты 30 г/дм^3.

4.2.2. Для определения рения в мерную колбу вместимостью 25 см^3 отбирают аликвотную часть раствора (5 или 10 см^3), содержащую 50–250 мкг рения, разбавляют (при необходимости) до 10 см^3 раствором винной кислоты 30 г/дм^3, приливают 5 см^3 соляной кислоты и разбавляют водой до 20 см^3. Затем добавляют 2,5 см^3 раствора тиомочевины и 1 см^3 раствора двухлористого олова, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой.

Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = 413 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно нулевого раствора, содержащего все реактивы, кроме рения.

Массу рения находят по градуировочному графику.

4.2.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 25 $см^3$ вводят из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ рабочего раствора рения, что соответствует 50, 100, 150, 200 и 250 мкг рения, добавляют по 10 $см^3$ раствора винной кислоты 30 $г/дм^3$, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, разбавляют водой до 20 $см^3$. Затем добавляют 2,5 $см^3$ раствора двухлористого олова, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой. В одну из колб приливают все реактивы, за исключением рения (нулевой раствор). Через 40 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max} = 413$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к нулевому раствору.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах оптическая плотность – масса рения. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю рения (X_1) в процентах (при массовой доле рения 0,5–5 %) вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10^4},$$

где m – масса рения, найденная по градуировочному графику, мкг;

V – вместимость мерной колбы, $см^3$;

V_1 – объем аликвотной части раствора, взятый для определения, $см^3$;

m_1 – масса навески анализируемой пробы, г.

4.3.2. Массовую долю рения (X_2) в процентах (при массовой доле рения более 5 %) вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot V \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot 10},$$

где m – масса рения, найденная по градуировочному графику, мг;

V – вместимость мерной колбы при первом разбавлении, $см^3$;

V_1 – вместимость мерной колбы при втором разбавлении раствора, $см^3$;

V_2 – объем аликвотной части раствора, взятый для разбавления, $см^3$;

V_3 – объем аликвотной части раствора, взятый для определения, $см^3$;

m_1 – масса навески анализируемой пробы, г.

4.3.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля рения, %	Допускаемые расхождения, %
0,5	0,04
1,0	0,08

Продолжение табл. 3

Массовая доля рения, %	Допускаемые расхождения, %
5,0	0,3
10,0	0,6
15,0	0,8
20,0	1,1
25,0	1,4
30,0	1,7
40,0	1,9
50,0	2,2

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Е.Г. Намврина, Г.А. Андрианова, Т.М. Малютина, Л.Г. Обручкова, Е.И. Самсонова, З.И. Шишкина, Л.В. Ушакова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 октября 1987 г. № 4091

3. Срок проверки – 1993 г.
Периодичность проверки – 5 лет.

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 36–78	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 2603–79	2.1, 3.1
ГОСТ 3118–77	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 3652–69	2.1
ГОСТ 3760–79	2.1, 4.1
ГОСТ 3769–78	2.1, 3.1
ГОСТ 5817–77	4.1
ГОСТ 4204–77	2.1, 3.1
ГОСТ 5828–77	2.1, 3.1
ГОСТ 6344–73	4.1
ГОСТ 10929–76	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 18300–72	2.1
ГОСТ 26473.0–85	1.1

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. Аппаратура, реактивы и растворы

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 двухлористое, раствор 200 г/дм³, готовят в день употребления: 2,0 г двухлористого 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 двухлористого олова, перемешивая после добавления каждого реактива 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;

(Продолжение см. с. 36)

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

F — градуировочный фактор;

V — вместимость мерной колбы, $см^3$;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, $см^3$;

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

Таблица 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.)

gost.e-ecolog.ru