УДК 669.85/.86.018 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Метод определения гафния

Alloys and foundry alloys of rare metals.
Method for determination of hafnium

ГОСТ 25278.3—82

ОКСТУ 1709.

Срок действия с 01.07.83
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения гафния:

от 1 до 10% — в сплавах (лигатурах) на основе тантала (компоненты: вольфрама не более 30%, рения не более 15%);

от 1 до 3% — в сплавах (лигатурах) на основе иттрия.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения гафния с ксиленоловым оранжевым в сернокислом 0,2 моль/дм^3 растворе. Гидролиз тантала (основы сплава) предотвращают введением перекиси водорода. Поглощение комплексов тантала, вольфрама с ксиленоловым оранжевым учитывают, измеряя суммарное поглощение комплексов тантала, вольфрама и гафния по отношению к другой равной аликвотной части пробы, в которую добавлен трилон Б, маскирующий только гафний. Определению не мешают до 2 мг вольфрама, до 10 мг рения и иттрия в фотометрируемом растворе.

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

Фотоэлектроколориметр марки ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Плитка электрическая.

gost.e-ecolog.ru

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 200 см³.

Пипетки без деления на 1, 2, 5 и 10 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Стаканы химические вместимостью 100 см³.

Стекла часовые.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3758—75.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3 и раствор 0,5 моль/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 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.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 1 мг/см³.

Гафний металлический, содержащий не менее 99,9% гафния в виде порошка или мелкой стружки.

Стандартный раствор гафния (запасной), содержащий 1 мг/см³ гафния: 0,1 г металлического гафния помещают в жаростойкий стакан и растворяют при нагревании в 3 см³ концентрированной серной кислоты в присутствии 0,3 г сернокислого аммония. Плав, полученный после полного растворения металла, растворяют в воде; прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой (конечная кислотность раствора ~0,5 моль/дм³ по серной кислоте).

Раствор гафния рабочий, содержащий 10 мкг/см³ гафния, готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора серной кислотой 0,5 моль/дм³ в 100 раз.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г в виде порошка или мелкой стружки помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 800—900°С до получения однородного плава.

В случае сплавов на основе тантала — плав растворяют в тигле при слабом нагревании в смеси, состоящей из 6 $см^3$ серной кислоты (1:3) и 1 $см^3$ перекиси водорода. Горячий прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, в которую предварительно налита смесь 25 $см^3$ серной кислоты (1:3) и 1 $см^3$ перекиси водорода, доводят до метки водой, перемешивают (раствор устойчив 7—8 ч, потом идет гидролиз). При ожидаемой массовой доле гафния более 4% раствор разбавляют еще раз: отбирают 10 $см^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки серной кислотой 0,5 моль/$дм^3$ (дополнительное разбавление необходимо учесть при обработке результатов).

В случае сплавов на основе иттрия — плав растворяют в тигле при слабом нагревании в серной кислоте 0,5 моль/$дм^3$. Горячий прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, охлаждают, доводят до метки серной кислотой 0,5 моль/$дм^3$.

Для определения гафния в две мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ отбирают равные аликвотные части раствора (5, 10 или 20 $см^3$), содержащие 20—60 мкг гафния, разбавляют до 20 $см^3$ серной кислотой 0,5 моль/$дм^3$. В одну из колб вводят 0,2 $см^3$ раствора трилона Б, перемешивают. Затем в обе колбы приливают по 2,5 $см^3$ раствора ксиленолового оранжевого, доводят до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора, не содержащего трилона Б, относительно раствора с трилоном Б на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max}=540$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

Массу гафния находят по градуировочному графику.

3.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вводят из микробюретки от 0,0 до 7,0 $см^3$ рабочего раствора гафния с интервалом 1 $см^3$. Во все колбы добавляют до 20 $см^3$ серной кислоты 0,5 моль/$дм^3$, по 2,5 $см^3$ раствора ксиленолового оранжевого, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой и снова перемешивают. В одну из колб приливают все реактивы за исключением гафния (нулевой раствор). Через 30 мин (окрашенные растворы устойчивы 7—8 ч) измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max}=540$ нм в кювет с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору. По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса гафния. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m — масса гафния, найденная по градуировочному графику, мг;

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

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

V_1 — вместимость мерной колбы при втором разбавлении, см^3;

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

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля гафния, %	Допускаемые расхождения, %
1,0	0,2
3,0	0,4
5,0	0,6
10,0	1,1

(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 3758—78	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 7172—76	2
ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 10929—76	2
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