М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ГАФНИЙ ЙОДИДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 22517—77

Hafnium-iodide metal. Technical reguirements

ОКП 17 6536

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на йодидный гафний, применяемый для технических и исследовательских целей.

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Йодидный гафний выпускают марки ГФИ1 в соответствии с требованиями настоящего стандарта с химическим составом, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Марка	Код ОКП	Химический состав, %												
		Массовая доля гафния и циркония, не менее	Массовая доля примесей, не более											
			Цирконий	Азот	Железо	Кремний	Никель	Титан	Алюминий	Кальций	Магний	Марганец	Углерод	Хром
ГФИ1	17 6536 0001 04	99,8	1,0	0,005	0,04	0,005	0,05	0,005	0,005	0,01	0,004	0,0005	0,01	0,003

Примечание. Массовая доля молибдена в гафнии за счет массы молибденовой проволоки, заложенной в процесс, должна быть не более 0,1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.2. Йодидный гафний выпускают в виде прутков.

1.3. На поверхности прутков не должно быть йода и йодистых соединений.

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Йодидный гафний принимают партиями. Партия должна состоять из прутков одной марки, полученных за один технологический цикл и оформлена одним документом о качестве, в котором должны быть указаны:

- товарный знак или наименование и товарный знак предприятия-изготовителя;
- наименование продукции и ее марка;
- масса нетто партии в килограммах;
- номер партии;
- дата изготовления;

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

- результаты анализа;
- количество мест в партии;
- штамп отдела технического контроля;
- обозначение настоящего стандарта.

Документ о качестве вкладывают в место № 1;

Масса партии — не более 30 кг.

2.2. Контроль химического состава гафния проводят на каждом прутке.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Качество поверхности контролируют на каждом прутке.

2.4. **(Исключен, Изм. № 1).**

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. От каждого прутка отбирают точечные пробы. Отбор точечных проб производят высверливанием стружки сверлом диаметром 3,5—4,5 мм на глубину, превышающую радиус прутка на 1—2 мм. Сверление производят при скорости, не вызывающей окисления (цветов побежалости). Стружку отбирают из трех точек: от концов прутка на расстоянии 10—15 см и из середины прутка. Точечные пробы объединяют. Масса объединенной пробы должна быть не менее 20 г. Стружку обрабатывают магнитом, тщательно перемешивают и делят на равные части. Одну пробу направляют в лабораторию для проведения анализа, другую хранят в отделе технического контроля в течение шести месяцев.

Пробы помещают в стеклянные банки с плотно закрывающимися крышками или в двойные пакеты из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354, каждый из которых тщательно завязывают. На банки наклеивают или вкладывают между слоями полиэтиленовых пакетов этикетку с указанием:

- наименования продукции и ее марки;
- номера партии;
- даты отбора пробы;
- штампа отдела технического контроля.

3.2. Определение содержания суммы гафния и циркония

Массовую долю суммы гафния и циркония определяют условно по разности между 100 % и суммой примесей (без молибдена).

3.3. Определение содержания углерода

Содержание углерода определяют газообъемным методом по ГОСТ 9853.3. При этом в качестве плавня используют двуокись кремния по ГОСТ 9428 марки ч. д. а. при соотношении массы навески к массе плавня 1:1; температура сжигания анализируемой пробы гафния 1100—1200 °С.

3.4. Определение содержания алюминия, железа, кремния, магния, марганца, никеля, титана и хрома спектральным методом

Спектральному методу предшествует перевод анализируемой пробы в двуокись гафния.

Метод основан на измерении почернений аналитических линий элементов примесей в дуговых спектрах, полученных при испарении навески двуокиси гафния в смеси с хлористым серебром и порошком серы из отверстия угольного электрода (анода) в пламени дуги постоянного тока. По общей спектрограмме одновременно определяют содержание всех примесей по заранее построенным градуировочным графикам в координатах: разность почернений аналитических линий и близлежащего фона ΔS — логарифм концентраций определяемого элемента $\lg C$ в процентах.

3.4.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Спектрограф дифракционный ДФС-13 с решеткой 600 или 1200 штр/мм с трехлинзовой системой освещения.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и нагрузку не менее 20 А.

Микрофотометр типа МФ-2.

Спектропроектор ПС-18.

Печь муфельная с терморегулятором от 300 до 1200 °С.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500.

Ступки с пестиками агатовые и из органического стекла.

Бюкс из органического стекла.

Приспособления из органического стекла (штативы для электродов, шпатели, «набивалки»).

Чашки и тигли платиновые.

Угли графитированные для спектрального анализа ОСЧ 7—3, диаметром 6 мм. Катод, заточенный на конус. Диаметр кратера анода 3,8 мм, глубина 6 мм.

Пластинки фотографические спектральные СП1 и СП2.

Серебро хлористое, х. ч.

Сера элементарная, ос. ч.

Титан йодидный.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428, ч. д. а.

Железа окись по НТД, ч. д. а.

Алюминия окись безводная для спектрального анализа, х. ч.

Магния окись по ГОСТ 4526, ч. д. а.

Хрома окись.

Марганца двуокись по ГОСТ 4470.

Никеля окись черная по ГОСТ 4331, ч.

Гафния хлорокись, ос. ч.

Гафния двуокись, ос. ч.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по НТД.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 14262, ос. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота фтористоводородная, ос. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Проявитель по ГОСТ 10691.1.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068, ч. д. а.

Фиксаж; готовят следующим образом: 400 г серноватистокислого натрия растворяют в 400 $см^3$ воды (раствор А). В 300 $см^3$ воды растворяют 200 г кристаллического сульфита натрия и к полученному раствору постепенно приливают при перемешивании 7 $см^3$ уксусной кислоты (раствор Б). Спустя 10—15 мин раствор Б вливают в раствор А и водой доводят объем жидкости до 1 $дм^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2. *Подготовка к анализу*

3.4.2.1. *Приготовление буферной смеси*

7 г хлористого серебра и 3,5 г серы перемешивают в плексигласовой ступке в течение 1 ч.

3.4.2.2. *Приготовление градуировочных образцов*

Для приготовления набора градуировочных образцов предварительно готовят два основных образца А и Б, механическим смешиванием и последовательным разбавлением которых двуокисью гафния (основой) получают набор рабочих градуировочных образцов. Смешивание проводят в бюксе. Основной образец А состоит из окислов соответствующих элементов и содержит (в расчете на металлы) по 8 % железа, кремния, никеля, алюминия и магния, 4 % хрома, 0,8 % марганца и 55,2 % гафния. Его готовят тщательным растиранием окислов и перемешиванием в агатовой ступке при добавлении очищенного перегонкой этилового спирта. При общей массе смеси 3—5 г продолжительность перемешивания составляет 2—3 ч. После этого смесь высушивают, переносят в платиновую чашку и прокаливают в муфельной печи при 1100—1200 °С в течение 1 ч. После охлаждения снова растирают в агатовой ступке.

Основной образец Б, состоящий из двуокисей титана и гафния соответственно 2,7 и 97,3 % (в расчете на металлы), готовят из растворов в платиновой чашке в два приема. Вначале навеску йодного титана в виде стружки растворяют во фтористоводородной кислоте с добавлением небольшого количества азотной кислоты, после чего добавляют серную кислоту и выпаривают до появления паров серной кислоты. После этого раствор охлаждают и добавляют рассчитанное количество раствора хлорокиси гафния в минимальном объеме воды. Общий раствор медленно выпаривают досуха. Содержимое чашки тщательно отделяют от стенок в центр чашки и прокаливают до постоянной

массы в муфеле, постепенно повышая температуру от 300 до 1200 °С. После охлаждения полученную смесь переносят в агатовую ступку, измельчают и перемешивают. Отдельные порции основных образцов А и Б, взятые в соотношении 1:3, смешивают в агатовой ступке таким же способом, как при подготовке основного образца А. В полученном таким образом образце № 1 содержится по 2 % железа, кремния, никеля, алюминия, магния и титана, 1 % хрома и 0,2 % марганца, остальное — гафний. Порцию образца № 1 помещают в ступку из органического стекла и перемешивают, постепенно добавляя трехкратное количество двуокиси гафния и получая таким образом образец № 2 с массовой долей марганца 0,05 %, хрома 0,25 % и остальных примесей по 0,5 %. Последовательным разбавлением исходной двуокисью гафния образца № 2 в 2—2,5 раза получают набор градуировочных образцов, указанных в табл. 2. Полученные образцы высушивают и помещают в герметически закрытые полиэтиленовые банки.

Таблица 2

Номер градуировочного образца	Массовая доля примесей (в пересчете на металл), %		
	Марганец	Хром	Железо, кремний, никель, алюминий, магний и титан
1	0,02	0,1	0,2
2	0,01	0,05	0,1
3	0,005	0,025	0,05
4	0,0025	0,0125	0,025
5	0,001	0,005	0,01
6	0,0004	0,002	0,004

3.4.3. *Проведение анализа*

Пробу гафния, отобранную для анализа, обрабатывают соляной кислотой, разбавленной 1:1, при комнатной температуре в течение 30 мин, промывают водой, затем спиртом и высушивают. В платиновый тигель помещают 1 г стружки и прокаливают в печи при температуре 900—1200 °С. Полноту окисления металла контролируют по привесу: 1 г металла образует 1,179 г двуокиси гафния. Окисленный образец переносят в плексигласовую ступку, перемешивают и растирают до состояния пудры в течение 5 мин.

По 100 мг каждого градуировочного образца и пробы смешивают растиранием в течение 5 мин в плексигласовой ступке с 75 мг смеси, состоящей из хлористого серебра и порошка серы.

Смеси помещают в кратеры трех угольных электродов по 35 мг в каждый и уплотняют стержнем из плексигласа. Перед помещением навесок в кратеры нижний электрод — анод обжигают в течение 10—15 с в дуге постоянного тока 15 А таким образом, чтобы глубина кратера сократилась до 5 мм. Верхний электрод перед применением обжигают в тех же условиях. Расстояние между вертикально установленными электродами при зажигании дуги составляет 2 мм. Фотографирование спектров ведут при токе 12 А с помощью дифракционного спектрографа ДФС-13 (с решеткой 600 или 1200 штр/мм) с трехлинзовой системой освещения щели. Ширина щели прибора 0,02 мм. При фотографировании спектров в первом порядке отражения решетки середину выреза кассеты совмещают с делением 290 нм по барабану длин волн. В кассете, соответственно, располагают две фотопластинки: СП-2 в коротковолновой и СП-1 в длинноволновой областях спектра.

На промежуточном конденсоре устанавливают такой вырез промежуточной диафрагмы, чтобы почернение аналитических линий и фона находилось в области почернений фотоэмульсии. Время экспозиции 45 с.

На полученных спектрограммах фотометрируют почернения аналитических линий и близлежащего фона и вычисляют их разность ΔS. Аналитические линии и интервал определяемых примесей указаны в табл. 3. По полученным для каждого градуировочного образца трем значениям аналитических линий и фона вычисляют среднюю разность почернений ΔS и строят градуировочный график в координатах ΔS—$\lg C$, где C — массовая доля определяемой примеси в градуировочном образце в процентах. По значениям тех же аналитических линий и фона, полученным для спектра анализируемых проб, находят по графику содержание определяемой примеси.

Таблица 3

Определяемая примесь	Аналитическая линия (длина волны), нм	Интервал определяемых примесей, %
Алюминий	266,089 309,27	$1 \cdot 10^{-2} — 2 \cdot 10^{-1}$ $4 \cdot 10^{-3} — 5 \cdot 10^{-2}$
Железо	259,887 305,908	$1 \cdot 10^{-2} — 2 \cdot 10^{-1}$ $4 \cdot 10^{-3} — 1 \cdot 10^{-1}$
Кремний	251,483 251,6 288,158	$1 \cdot 10^{-2} — 2 \cdot 10^{-1}$ $4 \cdot 10^{-3} — 1 \cdot 10^{-1}$ $4 \cdot 10^{-3} — 2{,}5 \cdot 10^{-2}$
Магний	277,983 278,142	$4 \cdot 10^{-3} — 2{,}5 \cdot 10^{-2}$ $4 \cdot 10^{-3} — 5 \cdot 10^{-2}$
Марганец	280,106 279,481	$4 \cdot 10^{-4} — 5 \cdot 10^{-3}$ $4 \cdot 10^{-4} — 5 \cdot 10^{-3}$
Никель	300,249 303,790	$4 \cdot 10^{-3} — 2{,}5 \cdot 10^{-2}$ $1 \cdot 10^{-2} — 2 \cdot 10^{-1}$
Титан	308,802 307,800 334,903 264,637	$4 \cdot 10^{-3} — 5 \cdot 10^{-2}$ $4 \cdot 10^{-3} — 2{,}5 \cdot 10^{-2}$ $4 \cdot 10^{-3} — 2{,}5 \cdot 10^{-2}$ $1 \cdot 10^{-2} — 2 \cdot 10^{-1}$
Хром	302,158	$3 \cdot 10^{-3} — 2{,}5 \cdot 10^{-2}$

3.4.4. *Обработка результатов*

Результатом анализа является среднеарифметическое трех параллельных определений.

Расхождения между наибольшим и наименьшим трех результатов параллельных определений не должны превышать 50 % от среднего из трех сопоставляемых определений.

Расхождения между результатами анализов не должны превышать 25 % от среднеарифметического двух сопоставляемых анализов при доверительной вероятности $P' = 0{,}95$.

3.5. Спектральный метод определения циркония

Метод основан на установлении зависимости между разностью почернений аналитических линий циркония и гафния в искровых спектрах, полученных при воздействии разряда высоковольтной конденсированной искры на графитовые таблетки, содержащие анализируемую двуокись гафния, и массовой долей циркония в процентах. Содержание циркония устанавливают по градуировочным графикам, построенным в координатах $\Delta S — \lg C_{Zr}$. Количественное определение циркония в гафнии проводят по «методу трех эталонов».

3.5.1. *Приготовление стандартных и анализируемых образцов*

Стандартные и анализируемые образцы готовят в виде таблеток диаметром и высотой 4 мм, спрессованных в стальной пресс-форме с помощью гидравлического пресса при давлении $39{,}2 \cdot 10^7$ Па (4000 кг/см^2) из смеси с соотношением образца к очищенному металлургическому графиту 1:3. В качестве электродержателя таблеток используют угольный электрод с внешним диаметром 6 мм, внутренним (кратер) 4,1 мм и глубиной 1 мм. Верхний угольный электрод имеет диаметр 4 мм. Расстояние между поверхностью таблетки и торцом верхнего электрода — 2 мм.

3.5.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Спектрограф ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой осветительной системой, ширина щели 0,015 мм.

Генератор ИГ-2, включенный по сложной схеме, емкость 0,005 мкФ, индуктивность 0,15 мГн, ток в первичной цепи 1,0 А, аналитический промежуток 2 мм, вспомогательный промежуток 3 мм. Характер заряда — один разряд в полупериод тока.

Микрофотометр МФ-2.

Спектропроектор ПС-18.

Угли графитированные для спектрального анализа марки С-3.

Весы торсионные типа ВТ-500.

Пресс гидравлический (лабораторный) на 5 т.

Пресс-форма стальная для прессования таблеток диаметром 4 мм.

Приспособление для заточки угольных электродов.

Ступки и пестики агатовые или яшмовые.

Графит металлургический коллоидальный (очищенный от примесей).

Пластинки фотографические спектральные СП2.

Стандартные образцы из смеси окислов циркония и гафния для спектрального анализа № 589—74—592—74 по Государственному реестру мер и измерительных приборов СССР.

3.5.3. *Проведение анализа*

На одной фотопластинке фотографируют по три раза спектр каждого стандартного и анализируемого образца. Время экспозиции (45—90 с) выбирают в зависимости от оптических данных спектрографа и от сорта применяемых фотопластинок таким образом, чтобы почернение аналитических линий находилось в области нормальных почернений для всего интервала определяемых концентраций.

3.5.4. *Обработка результатов*

На полученных спектрограммах фотометрируют почернения аналитических линий циркония и гафния. Градуировочные графики строят в координатах ΔS—$\lg C_{Zr}$, используя для расчетов массовой доли циркония аналитические линии, приведенные в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля циркония, %	Аналитическая линия *Zr*, нм	Аналитическая линия Hf, нм
От 0,5 до 1,0	256,89	253,29
» 1,0 » 2,0	256,89	259,56

Концентрационный индекс ($\Delta S = 0$) градуировочных графиков, построенных по этим парам линий, равен, соответственно, 0,6 и 0,5 %.

Относительное стандартное отклонение единичного определения, выполняемого по градуировочному графику и результатам фотометрирования одного спектра пробы, должно быть $\leq 0{,}05$.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 15 % от среднеарифметического из двух этих результатов. Допускаемые расхождения между двумя анализами не должны превышать 10 % от среднего из двух сопоставляемых анализов; в обоих случаях $P' = 0{,}95$.

3.6. Спектральный метод определения содержания кальция

Метод основан на измерении почернений аналитических линий кальция и фона в дуговых спектрах, полученных при испарении навески двуокиси гафния в смеси с хлористым серебром в пламени дуги постоянного тока. Содержание кальция определяют по градуировочным графикам, построенным в координатах: разность почернений аналитических линий и фона (ΔS) — логарифм концентраций определяемого элемента ($\lg C$). Количественное определение содержания кальция проводят по «методу трех эталонов».

3.6.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Спектрограф дифракционный ДФС-13 с решеткой 600 или 1200 штр/мм с трехлинзовой системой освещения щели.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 220 В и ток не менее 20 А.

Микрофотометр МФ-2.

Спектропроектор ПС-18.

Электроды угольные ОСЧ 7—3, диаметром 6 м. Катод заточен на конус. Диаметр кратера анода 3,8 мм, глубина 7 мм.

Весы торсионные ВТ-500.

Ступки плексигласовые.

Серебро хлористое, х. ч.

Двуокись гафния с массовой долей кальция не более 0,001 %.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Проявитель по ГОСТ 10691.1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068, ч. д. а.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по НТД.

Фиксаж; готовят следующим образом: 400 г серноватистокислого натрия растворяют в 400 см^3 воды (раствор А); в 300 см^3 воды растворяют 200 г кристаллического сульфита натрия и к полученному раствору постепенно приливают при перемешивании 7 см^3 уксусной кислоты (раствор Б). Спустя 10—15 мин раствор Б вливают в раствор А и водой доводят объем жидкости до 1 дм^3.

3.6.2. *Приготовление градуировочных образцов*

Основной градуировочный образец с массовой долей кальция в гафнии 10% готовят путем притирания углекислого кальция к двуокиси гафния, являющейся основой.

Последовательным разбавлением полученного головного градуировочного образца основой готовят серию градуировочных образцов с массовой долей кальция в гафнии от 0,01 до 0,2 %. Все градуировочные образцы и хлористое серебро хранят в эксикаторе.

3.6.3. *Проведение анализа*

По 100 мг каждого градуировочного образца и пробы смешивают в течение 5 мин с 50 мг хлористого серебра; 35 мг смеси помещают в углубление анода и слегка утрамбовывают. Проба не должна оставаться на стендах электрода.

Шкалу длин волн устанавливают на деление 290 нм. Ширина щели спектрографа 0,020 мм, расстояние между электродами 2 мм.

Между электродами зажигают дугу, питаемую постоянным током 15 А. Съемку проводят в длинноволновой области спектра на пластинах типа СП1, время экспозиции 45 с. Анализ проводят на трех параллельных пробах (фотографируют по три спектра каждого градуировочного образца и каждой пробы). Фотопластинку проявляют и фиксируют в стандартных условиях.

3.6.4. *Обработка результатов*

На основании результатов фотометрирования линий спектров градуировочных образцов и фона вблизи линий строят градуировочные графики в координатах ΔS—lg$C$. По графикам находят содержание кальция в анализируемых пробах. За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений. В табл. 5 приведены аналитическая линия и интервал определяемых массовых долей кальция.

Таблица 5

Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Линия сравнения	Интервал массовых долей кальция, %
Кальций	317,933	Фон	$1 \cdot 10^{-2}$— $1 \cdot 10^{-1}$

Относительное стандартное отклонение единичного определения, выполняемого по градуировочному графику и результатам фотометрирования одного спектра пробы, должно быть $\leq 0{,}15$.

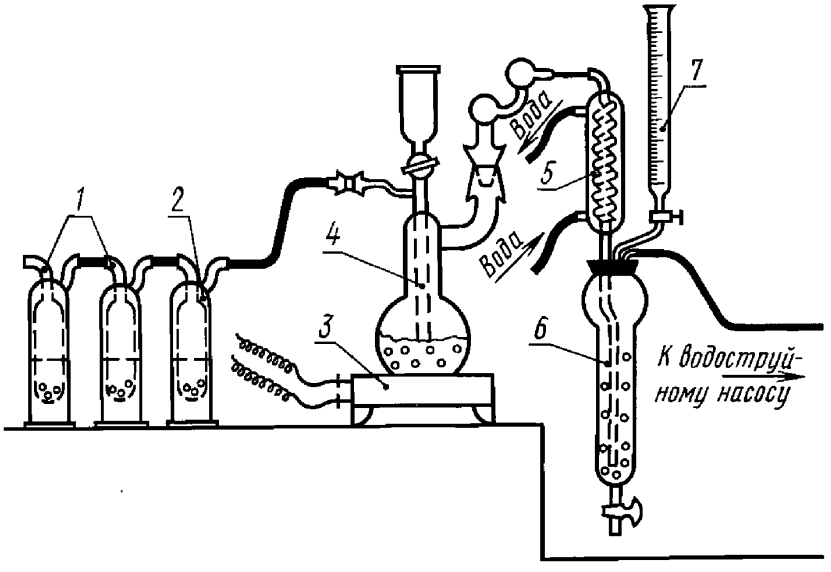
Расхождения между наибольшими и наименьшим результатом параллельных определений не должны превышать 50 % от среднеарифметического из трех сопоставляемых определений. Расхождения между двумя анализами не должны превышать 25 % от среднего из двух сопоставляемых анализов. Доверительная вероятность $P' = 0{,}95$.

3.7. Определение содержания азота

Азот в металлах содержится преимущественно в виде нитридов и карбонитридов. При растворении металлов в кислотах химически связанный азот переходит в соответствующие аммонийные соли. Определение заканчивают ацидиметрически в присутствии смешанного индикатора после отгонки аммиака из щелочного раствора (по методу Кьельдаля).

3.7.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Установка для определения содержания азота (см. чертеж).



1 — склянка-ловушка с серной кислотой; *2* — склянка-ловушка с водой; *3* — электроплитка; *4* — дистилляционная колба типа Кьельдаля из термостойкого стекла вместимостью 500 см³ с пришлифованной пробкой, снабженной капельной воронкой с краном; *5* — холодильник; *6* — сосуд для улавливания аммиака; *7* — микробюретка

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 0,01 н. раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор; готовят следующим образом: 400 г едкого натра растворяют небольшими порциями в 100 см³ воды, к раствору добавляют 2—3 кусочка гранулированного цинка и несколько кристалликов сернокислой меди, перемешивают и кипятят в течение 1 ч, доливая воду для поддержания начального объема. Полученный раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой банке. Раствор готовят из расчета работы с ним в течение 5—6 сут.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Смешанный индикатор; готовят растворением 0,062 г метилового красного и 0,041 г метиленового синего, выпускаемых по НТД, в 100 см³ спирта. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Вода бидистиллированная, свежеперегнанная.

Насос водоструйный.

3.7.2. *Проведение анализа*

Навеску гафния массой 1,0 г (в виде порошка или тонкой стружки) помещают в платиновую чашку, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см³ плавиковой кислоты и оставляют до полного растворения металла. К раствору добавляют 50 см³ воды.

Перед перенесением раствора в дистилляционную колбу производят предварительную очистку раствора щелочи и всей системы от следов аммиака. Для этого в дистилляционную колбу наливают 50 см³ раствора едкого натра и 50 см³ воды. В сосуд для улавливания аммиака наливают 25—30 см³ воды и 1—2 капли раствора смешанного индикатора. Собирают установку (см. чертеж). Через проверенную на герметичность систему пропускают очищенный воздух, используя водоструйный насос. Дистилляционную колбу с раствором едкого натра нагревают и кипятят в течение 5—10 мин. Полноту удаления аммиака контролируют по изменению окраски смешанного индикатора. Добавлением из бюретки по каплям 0,01 н. раствора серной кислоты восстанавливают фиолетовую окраску раствора. Очистку считают законченной, если фиолетовая окраска сохраняется 3—5 мин. После очистки щелочи выключают электроплитку и через несколько минут переносят анализируемый раствор осторожно, небольшими порциями, через воронку с краном в дистилляционную колбу. Сосуд, в котором находилась проба, и воронку обмывают несколько раз небольшими порциями воды. Промывные воды вливают через ту же воронку в дистилляционную колбу. Кран воронки закрывают и

содержимое колбы тщательно перемешивают осторожными круговыми движениями. Колбу нагревают до кипения и в течение 45 мин производят дистилляцию аммиака, поддерживая непрерывное кипение раствора.

По мере отгонки аммиака окраска смешанного индикатора изменяется из фиолетово-красной в зеленую. После появления зеленой окраски быстро приливают из бюретки по каплям 0,01 н. раствора серной кислоты до вновь появляющейся фиолетово-красной окраски раствора.

Отгонку заканчивают, если раствор в сосуде для улавливания аммиака продолжает сохранять слабый фиолетово-красный цвет в течение 5 мин.

Определение азота, начиная с момента растворения пробы и кончая отгонкой, необходимо проводить в помещении, в котором не ведется никакой работы с аммиаком и его солями.

Одновременно с исследуемой пробой через все стадии анализа проводят контрольный опыт, используя те же количества реактивов, что и при анализе испытуемого образца.

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю азота (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}00014 \cdot (V - V_1) \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,01 н. раствора серной кислоты, израсходованный на титрование аммиака в анализируемой пробе, см^3;

V_1 — объем 0,01 н. раствора серной кислоты, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

m — масса навески, г;

0,00014—титр 0,01 н. раствора H_2SO_4, выраженный в граммах азота.

Таблица 5

Массовая доля азота, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,004 до 0,006	0,0033
Св. 0,008 » 0,012	0,003

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений.

Допускаемые расхождения между крайними результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P' = 0{,}95$ не должны превышать величин, указанных в табл. 5.

3.8. Определение содержания молибдена

Содержание молибдена определяют отношением массы молибденовой проволоки, заложенной в технологическом процессе, к массе полученного продукта.

3.9. Отсутствие на поверхности прутков йода и йодистых соединений проверяют внешним осмотром без применения увеличительных приборов.

4. МАРКИРОВКА, УПАКОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Прутки йодидного гафния формируют в пачки массой не более 30 кг, упаковывают в мешочную бумагу марок М-70 или М-80 по ГОСТ 2228, или оберточную бумагу по ГОСТ 8273 и укладывают в плотные деревянные ящики типа 1 по ГОСТ 2991 размером 700 · 200 · 200 мм.

Гафний йодидный, предназначенный для длительного хранения, упаковывают в деревянные ящики типа III—1 по ГОСТ 2991.

4.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

4.3. На транспортную тару наносят данные об упакованной продукции:

- наименование и марку продукции;
- номер партии;
- дату изготовления;
- клеймо отдела технического контроля.

4.4. Продукцию транспортируют железнодорожным транспортом в крытых вагонах мелкими отправками в соответствии с правилами перевозки, погрузки и крепления грузов, действующими на железнодорожном транспорте.

Пакетирование груза — по ГОСТ 24597 на плоских универсальных поддонах по ГОСТ 9078 с помощью стальной ленты по ГОСТ 3560 или проволоки по ГОСТ 3282 диаметром не менее 5 мм.

Габаритные размеры и масса пакета не должны превышать норм, установленных ГОСТ 24597.

Допускается транспортирование воздушным транспортом в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта, и почтовыми посылками.

4.5. Йодидный гафний хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях при отсутствии паров кислот и щелочей.

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН Государственным Ордена Октябрьской Революции научно-исследовательским и проектным институтом редкометаллической промышленности «Гиредмет»

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.05.77 № 1169

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	3.4.1; 3.6.1	ГОСТ 9078—84	4.4
ГОСТ 2228—81	4.1	ГОСТ 9428—73	3.3; 3.4.1
ГОСТ 2991—85	4.1	ГОСТ 9853.3—86	3.3
ГОСТ 3118—77	3.4.1; 3.7.1	ГОСТ 10354—82	3.1
ГОСТ 3282—74	4.4	ГОСТ 10484—78	3.7.1
ГОСТ 3560—73	4.4	ГОСТ 10691.1—84	3.4.1; 3.6.1
ГОСТ 4204—77	3.7.1	ГОСТ 11125—84	3.4.1
ГОСТ 4328—77	3.7.1	ГОСТ 14192—96	4.2
ГОСТ 4331—78	3.4.1	ГОСТ 14262—78	3.4.1
ГОСТ 4470—79	3.4.1	ГОСТ 18300—87	3.4.1; 3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 4526—75	3.4.1	ГОСТ 24597—81	4.4
ГОСТ 4530—76	3.6.1	ГОСТ 27068—86	3.4.1; 3.6.1
ГОСТ 8273—75	4.1		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1983 г., июне 1988 г. (ИУС 8—83, 10—88)

gost.e-ecolog.ru