

**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 тиомочевинной»**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения рения (IV) с тиомочевинной 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.

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

Колбы мерные вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup>.

Пипетки с делениями на 2, 5 и 10 см<sup>3</sup>.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 100 — 150 см<sup>3</sup>.

Тигли никелевые вместимостью 30 см<sup>3</sup>.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Олово двухлористое, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>, готовят в день употребления: 2,0 г двухлористого олова растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

Калий ренийоокислый (перренат калия).

Стандартный раствор рения (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> рения: 0,1550 г перрената калия растворяют при нагревании в воде. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки.

Раствор рения (рабочий), содержащий 100 мкг/см<sup>3</sup>, 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 гидроксида натрия и сплавляют в муфеле при температуре 500—550 °С до получения прозрачного плава. Плав растворяют в 20—40 см<sup>3</sup> горячей воды в стакане вместимостью 150 см<sup>3</sup> при нагревании, прибавляют 20—30 см<sup>3</sup> соляной кислоты до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки.

Для определения рения в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть полученного раствора (5—10 см<sup>3</sup>), содержащую 2,1—2,7 мг рения, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> каждая вводят по 2 см<sup>3</sup> стандартного раствора рения, а затем последовательно, начиная со второй колбы, добавляют 1, 2, 3, 4, 5, 6 и 7 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

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.)