



中华人民共和国国家标准

GB 3313—82

钨铼合金中铼的测定——丁二酮肟 比色法

**Determination of rhenium in rhenium-tungsten
alloys—spectrophotometric method using
dimethylglyoxime**

1982-12-22 发布

1983-09-01 实施

国家标准局 批准

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钨铍合金中铍的测定——丁二酮肟
比 色 法
GB 3313—82

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

<http://www.bzcbs.com>

电话：63787337、63787447

1983年5月第一版 2004年11月电子版制作

*

书号：15169·1-1696

版权专有 侵权必究
举报电话：(010) 68533533

钨铼合金中铼的测定——丁二酮肟 比色法

UDC 669.275'849
:543.432
:546.719
GB 3313—82

Determination of rhenium in rhenium-tungsten
alloys—spectrophotometric method using
dimethylglyoxime

本标准适合于钨铼合金中铼的测定。测定范围：0.5~5%。

1 原理

试样以过氧化氢溶解，用氢氧化钠分解过剩的过氧化氢，在1 N的盐酸溶液中，低价铼与丁二酮肟形成稳定的橙红色络合物，借以进行比色测定。钨的干扰用柠檬酸掩蔽。

2 试剂（分析纯）

过氧化氢：30%。

盐酸：1:6，1:3。

氢氧化钠：10%。

碳酸钠：30%。

丁二酮肟：1%乙醇溶液。

氯化亚锡：25%（称25g氯化亚锡溶于100ml1:2的盐酸中），使用时当日配制。

柠檬酸：40%。

铼标准溶液：0.1mg/ml。

准确称取纯铼粉（99.9%以上）0.2000g，于100ml烧杯中，加入过氧化氢和水各10ml。于室温下溶解（如天气冷可低温加热），待溶解完全后，冷至室温，加10%氢氧化钠5ml，分解过剩的过氧化氢，待激烈反应停止后，低温加热煮沸，取下冷却，转入200ml容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀备用，或称取光谱纯高铼酸钾0.3108g，于烧杯中加水稍加热使之溶解，转入200ml容量瓶中以水稀释至刻度，摇匀备用。

钨的标准溶液：5mg/ml。

称取1g纯钨粉，于100ml烧杯中，以下同铼标准溶液的配制。

3 分析步骤

3.1 样品处理

把钨铼合金丝放入30%的碳酸钠溶液中，加热除去表面石墨层使表面光亮，用定性滤纸擦净，以水洗净，用乙醇脱水，用硬质合金研钵研成粉状或用剪刀剪碎备用。

3.2 分析

3.2.1 称取处理好的试样0.2500g（含铼3%以上称0.15g或0.2g）于烧杯中，加水和过氧化氢各10ml，低温加热溶解，溶解完全后取下冷却，加10%氢氧化钠5ml，分解过剩的过氧化氢，待黄色消失后，低温加热煮沸，取下冷却，转入100ml容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀备用。

3.2.2 吸取上述溶液10ml于100ml容量瓶中，加入40%柠檬酸5ml，1:6盐酸10ml，1%丁二酮肟