ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 25278.13-87–ГОСТ 25278.17-87

Издание официальное

Цена 15 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *М.И. Максимова*
Корректор *Е.И. Морозова*

Сдано в наб. 19.11.87 Подп. в печ. 07.01.88 3,0 усл. п. л. 3,125 усл. кр.-отт. 3,19 уч.-изд. л.
Тир. 16 000 Цена 15 коп.

Ордена „Знак Почета" Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3

Набрано в Издательстве стандартов на НПУ

Тип. „Московский печатник". Москва, Лялин пер., 6. Зак. 6044

УДК 669.85/.86.018:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Методы определения вольфрама

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

ГОСТ 25278.13—87

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.88
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает три метода определения вольфрама:

фотометрический (от 3 до 15 %) — для сплавов (лигатур) на основе ниобия (компоненты: молибдена не более 10 %, циркония не более 2 %, тантала не более 10 %) и (от 2 до 20 %) для сплавов на основе тантала и гафния (компоненты: рения не более 1,5 %, ниобия не более 10 %);

дифференциальный фотометрический (от 30 до 60 %) — в бинарных сплавах ниобий-вольфрам;

визуально-колориметрический (от $5 \cdot 10^{-3}$ до $2 \cdot 10^{-1}$ %) — для сплавов на основе ниобия (компоненты: циркония не более 1,5 %, молибдена не более 0,5 %, тантала не более 0,5 %, титана не более 0,5 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения вольфрама (V) с роданид-ионами в оксалатно-солянокислом (4 моль/дм^3 по HCl) растворе в присутствии восстановителя — треххлористого титана. Гидролиз ниобия предотвращают введением оксалатов; цирконий и молибден определению не мешают.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988

Массовую долю вольфрама устанавливают методом сравнения со стандартным образцом состава, который анализируют одновременно с анализируемой пробой.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

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

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 50 и 250 $см^3$.

Микробюретка вместимостью 5 $см^3$.

Пипетки с делениями на 5 $см^3$.

Пипетки без деления на 5 и 10 $см^3$.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 100 $см^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204–77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118–77 и разбавленная 2:1 и 1:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172–76.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712–78, раствор 40 $г/дм^3$.

Калий роданистый по ГОСТ 4139–75, раствор 500 $г/дм^3$.

Титан треххлористый по ГОСТ 311–78, раствор 150 $г/дм^3$.

Титан металлический, содержащий не менее 99,9 % титана, в виде мелкой стружки.

Образец стандартный отраслевой состава сплава 5ВМЦ ОСО № 1–78.

Раствор треххлористого титана 15 $г/дм^3$; готовят одним из двух способов.

Способ 1: 1 $см^3$ раствора треххлористого титана 150 $г/дм^3$ разбавляют 9 $см^3$ концентрированной соляной кислоты.

Способ 2: 0,5 г порошка металлического титана растворяют при нагревании в соляной кислоте, разбавленной 1:1, полученный раствор доводят до 50 $см^3$ соляной кислотой, разбавленной 1:1.

Раствор хранят в темной склянке; годен к употреблению 3–4 суток.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 3–4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700–900°С до получения прозрачного плава (если сплавление проходит не полностью, плав охлаждают, добавляют несколько капель концентрированной серной кислоты и повторяют процедуру сплавления до получения прозрачного плава). Охлажденный плав растворяют при нагревании в 150 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки раствором щавелевокислого аммония, охлаждают и перемешивают. Раствор может быть использован для определения молибдена по ГОСТ 25278.6–82.

2.2.2. Для определения вольфрама в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ отбирают аликвотную часть раствора (2,5 или 10 $см^3$), содержащую

50–250 мкг вольфрама, разбавляют (при необходимости) до 10 см^3 раствором щавелевокислого аммония, приливают 2,5 см^3 раствора роданистого калия, 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 2:1, и 0,5 см^3 раствора треххлористого титана, перемешивая после добавления каждого реактива и вводя их в указанной последовательности с интервалом 2–3 мин, доводят до метки водой, перемешивают. Через 20 мин (окрашенные растворы устойчивы в течение 4 ч) измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = 400 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм относительно нулевого раствора, содержащего все реактивы, кроме вольфрама.

2.2.3. Одновременно с серией проб анализируют стандартный образец состава. При этом соблюдают равенство массы анализируемой навески и стандартного образца, разбавление раствора. Аликвотные части раствора стандартного образца и анализируемой пробы должны быть отобраны так, чтобы массы вольфрама в них были примерно равны.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{x_1 \cdot D_x}{D_c},$$

где x_1 – массовая доля вольфрама в стандартном образце состава ОСО № 1–78, равная 4,94 %;

D_x – оптическая плотность раствора анализируемой пробы;

D_c – оптическая плотность раствора стандартного образца состава.

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 вольфрама, %	Допускаемые расхождения, %
3,0	0,25
4,5	0,4
6,0	0,5
7,5	0,6
9,0	0,8
11,0	0,9
13,0	1,1
15,0	1,3

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения вольфрама (V) с роданид-ионами в оксалатно-солянокислом (4 моль/дм^3

по HCl) растворе в присутствии восстановителя – треххлористого титана. Оптическую плотность растворов измеряют по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,0 мг вольфрама. Гидролиз ниобия предотвращают введением оксалатов.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр типа СФ-26 или Спекол-10 (ГДР) с измерительной приставкой ЕК-1 или аналогичного типа.

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Стаканы кварцевые вместимостью 30–40 $см^3$ (диаметром не более 30 мм).

Стаканы химические стеклянные вместимостью 50 $см^3$.

Стекла часовые диаметром 40 мм.

Пипетки с делениями на 5 и 10 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 500 $см^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204–77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118–77 и разбавленная 2:1.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769–78.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712–78, раствор 20 $г/дм^3$.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067–86, раствор 500 $г/дм^3$.

Титан металлический, содержащий не менее 99,9 % титана, в виде мелкой стружки.

Раствор треххлористого титана 150 $г/дм^3$ (запасной), готовят следующим образом: 0,5 г металлического титана помещают в стеклянный стакан вместимостью 50 $см^3$ и растворяют при нагревании в 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, накрыв стакан часовым стеклом. Первоначальный объем (10 $см^3$) постоянно поддерживают добавлением концентрированной соляной кислоты. Полученный раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой не более 3 сут.

Раствор треххлористого титана 15 $г/дм^3$ (рабочий); готовят в день употребления разбавлением в 10 раз запасного раствора предварительно прокипяченной и охлажденной соляной кислотой.

Вольфрам металлический, содержащий не менее 99,9 % вольфрама, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор вольфрама, содержащий 0,5 $мг/см^3$ вольфрама: 0,1 г металлического вольфрама помещают в кварцевый стакан вместимостью 30–40 $см^3$ и растворяют при сильном нагревании в 4 $см^3$ концентрированной серной кислоты с добавлением 1 г сернокислого аммония, накрыв стакан часовым стеклом. После полного растворения вольфрама плав охлаждают, добавляют 4 г щавелевокислого аммония. Часовое стекло обмывают 15–20 $см^3$ воды, собирая смыв в тот же стакан. Содержимое стакана перемешивают и нагревают до полного растворения солей. Прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, охлаждают, доводят до метки водой.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 30–40 $см^3$ и растворяют при сильном нагревании в 2 $см^3$ концентрированной серной кислоты с добавлением 0,5 г сернокислого аммония, накрыв стакан часовым стеклом. После полного растворения навески плав охлаждают, добавляют 2 г щавелевокислого аммония. Часовое стекло обмывают 15–20 $см^3$ воды, собирая смыв в тот же стакан. Содержимое стакана перемешивают и нагревают до полного растворения солей. Прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, охлаждают, доводят до метки водой.

3.2.2. Для определения вольфрама в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ отбирают аликвотную часть (4–8 $см^3$), содержащую 2,1–2,5 мг вольфрама, разбавляют (при необходимости) до 8 $см^3$ раствором щавелевокислого аммония 20 $г/дм^3$, приливают 25 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 2:1, 2,5 $см^3$ раствора роданистого аммония, 1 $см^3$ рабочего раствора треххлористого титана (добавляя его по каплям при перемешивании), доводят до метки водой. Через 25–30 мин (окрашенные растворы устойчивы в течение 4 ч) измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при $\lambda = 410$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,0 мг вольфрама: в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ отбирают 4 $см^3$ стандартного раствора вольфрама, приливают 4 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония концентрацией 20 $г/дм^3$, 25 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 2:1, 2,5 $см^3$ раствора роданистого аммония, 1 $см^3$ рабочего раствора треххлористого титана (добавляя его по каплям при перемешивании), доводят до метки водой. Через 25–30 мин раствор используют в качестве раствора сравнения.

Массу вольфрама находят по градуировочному графику.

3.2.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вводят из микробюретки 4,0; 4,2; 4,4; 4,6; 4,8 и 5,0 $см^3$ стандартного раствора вольфрама, что соответствует 2,0; 2,1; 2,2; 2,3; 2,4 и 2,5 мг вольфрама. Приливают до 8 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония, 25 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 2:1, 2,5 $см^3$ раствора роданистого аммония, 1 $см^3$ рабочего раствора треххлористого титана (добавляя его по каплям при перемешивании), доводят до метки водой. Через 25–30 мин измеряют оптическую плотность растворов, содержащих от 2,1 до 2,5 мг вольфрама, по отношению к раствору, содержащему 2,0 мг вольфрама, на спектрофотометре при $\lambda = 410$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

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

3.3. Обработка результатов

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

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

где m – масса вольфрама, 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 вольфрама, %	Допускаемые расхождения, %
30,0	0,7
40,0	0,9
50,0	1,1
60,0	1,3

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ ТАНТАЛА И ГАФНИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения вольфрама (V) с роданид-ионами в оксалатно-солянокислом (4 моль/$дм^3$ по соляной кислоте) растворе. Гидролиз тантала и ниобия предотвращают введением оксалатов; гафний определению не мешает.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-50 или аналогичный прибор.

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

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы мерные вместимостью 50 и 250 $см^3$.

Микробюретка вместимостью 5 $см^3$.

Пипетки с делениями на 2,5 и 10 $см^3$.

Пипетки без делений на 5 и 10 $см^3$.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 100 $см^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204–77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118–77 и разбавленная 2:1 и 1:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172–76.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712–78, растворы 40 и 100 г/$дм^3$.

Калий роданистый по ГОСТ 4139–75, раствор 500 г/$дм^3$.

Титан треххлористый по ГОСТ 311–78, раствор 150 г/$дм^3$.

Титан металлический, содержащий не менее 99,9 % титана, в виде мелкой стружки.

Раствор треххлористого титана 15 г/дм^3; готовят одним из двух способов:

Способ 1: 1 см^3 раствора треххлористого титана концентрацией 150 г/дм^3 разбавляют 9 см^3 концентрированной соляной кислоты.

Способ 2: 0,5 г порошка металлического титана растворяют при нагревании в соляной кислоте, разбавленной 1:1, полученный раствор доводят до 50 см^3 соляной кислотой, разбавленной 1:1.

Раствор хранят в темной склянке: годен к употреблению 3–4 суток.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289–72.

Стандартный раствор вольфрама (запасной), содержащий 1 мг/см^3 вольфрама: 1,794 г вольфрамовокислого натрия растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Раствор вольфрама (рабочий), содержащий 50 мг/см^3 вольфрама, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 20 раз.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 3–5 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700–900°С до получения прозрачного плава. Если сплавление проходит не полностью, плав охлаждают, добавляют несколько капель концентрированной серной кислоты и повторяют процедуру сплавления до получения прозрачного плава. Охлажденный плав растворяют при нагревании и тщательном перемешивании в 100 см^3 горячего раствора щавелевокислого аммония 100 г/дм^3 (при анализе сплава на основе тантала) или в 100 см^3 горячего раствора щавелевокислого аммония 40 г/дм^3 (при анализе сплава на основе гафния). После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят до метки водой (при анализе сплава на основе тантала) или раствором щавелевокислого аммония 40 г/дм^3 (при анализе сплава на основе гафния) и перемешивают. Раствор может быть использован для определения молибдена по ГОСТ 25278.6–82.

4.2.2. Для определения вольфрама в мерную колбу вместимостью 50 см^3 отбирают аликвотную часть раствора (2,5 или 10 см^3), содержащую 50–250 мкг вольфрама, разбавляют (при необходимости) до 10 см^3 раствором щавелевокислого аммония 40 г/дм^3; приливают 2,5 см^3 раствора роданистого аммония, 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 2:1, и 0,5 см^3 раствора треххлористого титана (по каплям!). После добавления каждого реактива раствор перемешивают. Реактивы вводят в указанной последовательности с интервалом 2–3 мин, доводят до метки водой, перемешивают. Через 20 мин (окрашенные растворы устойчивы в течение 4 ч) измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = = 400 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм относительно нулевого раствора, содержащего все реактивы, кроме вольфрама.

Массу вольфрама находят по градуировочному графику.

4.2.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 приливают из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного рабочего раствора вольфрама, что соответствует 50; 100; 150; 200 и 250 мкг вольфрама. Приливают 10 см^3 раствора щавелевокислого аммония концентрацией 40 г/дм^3, 2,5 см^3 раствора роданистого аммония, 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 2:1, 0,5 см^3 раствора треххлористого титана (по каплям!). После добавления каждого реактива раствор перемешивают. Реактивы вводят в указанной последовательности с интервалом 2–3 мин, доводят до метки водой и перемешивают. В одну из колб приливают все реактивы, за исключением вольфрама (нулевой раствор).

Через 20 мин (окрашенные растворы устойчивы в течение 4 ч) измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = 400 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к нулевому раствору.

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

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю вольфрама (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m – масса вольфрама, 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.

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

Таблица 3

Массовая доля вольфрама, %	Допускаемые расхождения, %
2,0	0,2
5,0	0,6
10,0	1,1
15,0	1,7
20,0	2,2

5. ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения вольфрама (V) с роданид-ионами в солянокислой (3 моль/дм^3) среде

в присутствии восстановителя — треххлористого титана и сравнении интенсивности окраски раствора пробы с интенсивностью окраски растворов шкалы сравнения. Влияние ниобия и титана устраняют введением фторидов и оксалатов. Цирконий и молибден определению не мешают.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Набор цилиндров для колориметрирования из бесцветного стекла с притертыми пробками высотой 25 см и диаметром 1,7 см.

Чашки платиновые вместимостью 30 $см^3$.

Чашки стеклоуглеродные вместимостью 30 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 25 $см^3$.

Микробюретки вместимостью 5 $см^3$.

Пипетки с делениями на 5 $см^3$.

Пипетки без деления на 5 и 10 $см^3$.

Мензурки мерные на 10 и 25 $см^3$.

Стаканы стеклянные вместимостью 25 и 100 $см^3$.

Часовые стекла диаметром 40 мм.

Кислота азотная по ГОСТ 4461–77.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484–78.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518–75, раствор 50 $г/дм^3$.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712–78.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067–86, раствор 500 $г/дм^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328–77, раствор 100 $г/дм^3$.

Вольфрама (VI) окись.

Титан металлический губчатый по ГОСТ 17746–79.

Раствор треххлористого титана (запасной) 150 $г/дм^3$, готовят следующим образом: 0,5 г металлического титана помещают в стакан вместимостью 25 $см^3$ и растворяют при нагревании в 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, накрыв стакан часовым стеклом. Первоначальный объем (10 $см^3$) поддерживают постоянным добавлением концентрированной соляной кислоты. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой не более 3 сут.

Раствор треххлористого титана (рабочий) 15 $г/дм^3$; готовят разбавлением запасного раствора в 10 раз в день употребления: к 1 $см^3$ запасного раствора треххлористого титана добавляют 9 $см^3$ свежепрокипяченной и охлажденной концентрированной соляной кислоты.

Стандартный раствор вольфрама (запасной), содержащий 0,1 $мг/см^3$ вольфрама: 0,1261 г окиси вольфрама, прокаленной до постоянной массы при 600–700°С, помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 20–25 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Раствор вольфрама (рабочий), содержащий 20 мкг/см^3 вольфрама, готовят разбавлением запасного раствора водой в 5 раз. Раствор готовят в день употребления.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в платиновую (стеклоуглеродную) чашку и растворяют при нагревании на водяной бане в 2–3 см^3 фтористоводородной кислоты, добавляя по каплям азотную кислоту до полного растворения навески. Раствор упаривают до влажных солей, избегая подсушивания. К остатку добавляют 12 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 8 см^3 раствора фтористого аммония, 0,5 г щавелевокислого аммония и нагревают до растворения солей.

При ожидаемом содержании вольфрама более 0,1 % полученный прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят до метки водой.

5.2.2. Для определения вольфрама в мерную колбу вместимостью 25 см^3 отбирают 5 или 10 см^3 раствора, содержащие 40–100 мкг вольфрама, добавляют соляной кислоты, разбавленной 1:1, до общего объема 12 см^3 (что составляет при аликвотной части 5 см^3 – 9,6 см^3, а при аликвотной части 10 см^3 – 7,2 см^3). Приливают раствор фтористого аммония до общего объема 5 см^3 (что составляет при аликвотной части 5 см^3 – 3,4 см^3, а при аликвотной части 10 см^3 – 1,8 см^3), добавляют в колбу воды до общего объема около 22 см^3, перемешивают. Раствор охлаждают до 15–20°С (в холодной воде), приливают 1 см^3 раствора роданистого аммония, перемешивают и добавляют по каплям рабочий раствор треххлористого титана до перехода красно-бурой окраски раствора в желтую и еще 5 капель (избыток); разбавляют растворы до метки водой, перемешивают. Через 20 мин раствор переводят из мерной колбы в сухой цилиндр для колориметрирования и сравнивают окраску анализируемого раствора со шкалой растворов сравнения.

5.2.3. При ожидаемом содержании вольфрама менее 0,1 % полученный прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, смывая чашку небольшим количеством воды так, чтобы общий объем раствора в колбе был около 22 см^3. Раствор охлаждают до 15–20 °С (в холодной воде), приливают 1 см^3 раствора роданистого аммония, перемешивают и добавляют по каплям рабочий раствор треххлористого титана до перехода красно-бурой окраски раствора в желтую и еще 5 капель (избыток); разбавляют растворы до метки водой, перемешивают. Через 20 мин раствор переводят из мерной колбы в сухой цилиндр для колориметрирования и сравнивают окраску анализируемого раствора со шкалой растворов сравнения.

5.2.4. *Приготовление шкалы растворов сравнения*

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 вводят из микробюретки 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 рабочего стандартного раствора вольфрама, что соответствует 5; 10; 20; 30; 40; 60; 80 и 100 мкг вольфрама. Приливают по 12 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см^3 раствора фтористого аммония, разбавляют водой до общего объема около 22 см^3, перемешивают. Растворы охлаждают до 15–20°С (в холодной воде), при-

ливают 1 см³ раствора роданистого аммония, перемешивают и добавляют по каплям рабочий раствор треххлористого титана до перехода красно-бурой окраски раствора в желтую и еще 5 капель (избыток); разбавляют растворы до метки водой и перемешивают. Через 20 мин растворы из мерных колб переводят в сухие цилиндры для колориметрирования.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю вольфрама (X) в процентах (при массовой доле вольфрама более 0,1 %) вычисляют по формуле

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

где m – масса вольфрама, найденная по шкале эталонных растворов, мкг;

V – вместимость мерной колбы, см³;

V_1 – объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 – масса навески анализируемой пробы, г.

5.3.2. Массовую долю вольфрама (X) в процентах (при массовой доле вольфрама менее 0,1 %) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1 \cdot 10^4},$$

где m – масса вольфрама, найденная по шкале эталонных растворов, мкг;

m_1 – масса навески анализируемой пробы, г.

5.3.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля вольфрама, %	Допускаемые расхождения, %
$5 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$0{,}8 \cdot 10^{-2}$
$2 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-1}$	$0{,}3 \cdot 10^{-1}$
$2 \cdot 10^{-1}$	$0{,}6 \cdot 10^{-1}$
$5 \cdot 10^{-1}$	$1{,}5 \cdot 10^{-1}$

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Е.Г. Намврина, Г.Н. Андрианова, Т.М. Малютина, Л.Г. Обручкова, Н.А. Разницина, 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 311–78	2.1, 4.1
ГОСТ 3118–77	2.1, 3.1, 5.1
ГОСТ 3769–78	3.1
ГОСТ 4139–75	2.1, 4.1
ГОСТ 4204–77	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4328–77	5.1
ГОСТ 4461–77	5.1
ГОСТ 4518–75	5.1
ГОСТ 5712–78	2.1, 3.1, 4.1, 5.1
ГОСТ 7172–76	2.1, 4.1
ГОСТ 10484–78	5.1
ГОСТ 17746–79	5.1
ГОСТ 18289–72	4.1
ГОСТ 26473.0–85	1.1
ГОСТ 27067–86	3.1, 5.1

Изменение № 1 ГОСТ 25278.13—87 Сплавы и лигатуры редких металлов. Методы определения вольфрама

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2754

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

(Продолжение см. с. 32)

Продолжение

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Пункт 2.1. Пятнадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 311—78;

семнадцатый абзац изложить в новой редакции:

«Отраслевой стандартный образец состава сплава 5 ВМЦ ОСО 48—4—1—90 (1—78)».

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить обозначение: «(ГДР)».

Пункт 4.1. Шестнадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 311—78;

двадцать второй абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18289—72 на ГОСТ 18289—78.

(ИУС № 6 1998 г.)

gost.e-ecolog.ru