ГОСТ 11930.10—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.78.06:006.354 Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения вольфрама

Hard-facing materials.
Method of tungsten determination

ГОСТ 11930.10—79

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения вольфрама (при массовой доле вольфрама от 0,2 до 15 %) в наплавочных материалах.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения вольфрама с роданидом в кислой среде в присутствии восстановителя.

Сопутствующие компоненты отделяют осаждением гидроокисью натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы аналитические типов АДВ-200, ВЛА-200М или любого другого типа, обеспечивающие взвешивание с погрешностью не более 0,0002 г.

Фотоколориметры типов ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Аммоний или калий роданистый, раствор с массовой долей 50 %.

Титан треххлористый, раствор; готовят следующим образом: 1 $см^3$ раствора с массовой долей 15 % треххлористого титана разбавляют 24 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1 (раствор хранить не более 2 сут).

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Вольфрамовый ангидрид.

Раствор вольфрама стандартный; готовят следующим образом: 0,1261 г вольфрамового ангидрида растворяют при нагревании в 100 $см^3$ раствора с массовой долей 20 % гидроокиси натрия, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора содержит 0,0001 г вольфрама.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,5 г (при массовой доле вольфрама 0,2—0,4 %) растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 1—2 см³ азотной кислоты и дважды выпаривают до паров серного ангидрида. Охлажденный раствор разбавляют водой, нейтрализуют раствором щелочи и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 20 см³ горячего (70—80 °С) 20 %-ного раствора щелочи, разбавляют водой до метки и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр в сухой стакан. Отбирают 5—20 см³ фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 см³. Приливают 1 см³ 50 %-ного раствора роданистого аммония, 15 см³ соляной кислоты и 1 см³ раствора треххлористого титана. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Раствор разбавляют водой до метки и снова перемешивают. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (λ = 434 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Содержание вольфрама в граммах находят по градуировочному графику.

3.2. Навеску пробы массой 0,1 г (при массовой доле вольфрама от 4 до 11 %) растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 1—2 см³ азотной кислоты. Раствор дважды выпаривают до слабых паров серной кислоты. Если навеска не растворилась полностью, то ее сплавляют с пиросульфатом калия.

Анализируемый раствор нейтрализуют по конго раствором с массовой долей 20 % гидроокиси натрия и переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, содержащую 30 см³ горячего раствора с массовой долей 20 % гидроокиси натрия, затем охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают в сухой стакан и отбирают аликвотную часть (5—10 см³) в мерную колбу вместимостью 50 см³. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см³ помещают 1, 2, 3 и 4 см³ стандартного раствора вольфрама, разбавляют до 20 см³ водой и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot 100V}{V_1 m_1},$$

где m — масса вольфрама, найденная по градуировочному графику, г;

V — разбавление анализируемого раствора, см³;

V_1 — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля вольфрама, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,20 до 0,40 включ.	0,02	0,03
Св. 4,00 » 5,00 »	0,05	0,10
» 5,00 » 11,00 »	0,10	0,20
» 11,00 » 15,00 »	0,25	0,30

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru