

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

# СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

## МЕТОДЫ АНАЛИЗА

## ГОСТ 25278.13-87–ГОСТ 25278.17-87

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

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 $\lambda_{max}$ = 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 $\lambda_{max}$ = = 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 $\lambda_{max}$ = 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 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 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, см$^3$;

$V_1$ – объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см$^3$;

$m_1$ – 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 |

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.
Гир. 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

**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 изменения № 1 к ГОСТ 25278.13—87)*

*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