ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА

ГОСТ 12349—83
(СТ СЭВ 1507—79)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15—194 : 546.78.06 : 006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения вольфрама

Alloyed and high-alloyed steels.
Methods for determination of tungsten

ГОСТ 12349—83*

(СТ СЭВ 1507—79)

Взамен
ГОСТ 12349—66

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 января 1983 г. № 240 срок введения установлен
с 01.06.83

Постановлением Госстандарта от 14.09.87 № 3513
срок действия продлен до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения вольфрама в легированных и высоколегированных сталях:

экстракционно-фотометрический — при массовой доле вольфрама от 0,002 до 0,5%; фотометрический — при массовой доле вольфрама от 0,1 до 6,0%; фотометрический на фоне сопутствующих элементов — при массовой доле вольфрама от 0,3 до 18,0%;

гравиметрический — при массовой доле вольфрама от 3 до 20%.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1507—79 в части фотометрического метода при массовой доле вольфрама от 0,1 до 3% и гравиметрического метода.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81 со следующим дополнением.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или другие любые весы, отвечающие указанному ГОСТ 24104—80 по своим точностным характеристикам.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (декабрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1987 г. (ИУС 12—87).*

© Издательство стандартов, 1989

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ВОЛЬФРАМА ОТ 0,002 ДО 0,5%)

2.1. Сущность метода

Экстракционно-фотометрический метод основан на образовании ионного ассоциата роданидного комплекса вольфрама (V) с триметилцетиламмонием (или с цетилпиридинием), экстракции его хлороформом и последующем измерении оптической плотности экстракта при длине волны 400 нм.

Масса вольфрама составляет 10—100 мкг в 25 см³ экстракта. Оптимальная кислотность водной фазы 8 моль/дм³ по соляной кислоте.

Влияние железа и молибдена устраняется введением в раствор восстановителей: треххлористого титана и двухлористого олова; влияние ниобия — промыванием экстракта бифторидом калия.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

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

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Олово двухлористое 2-водное по ТУ 6—09—5384—88, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³. 10 г двухлористого олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты при слабом нагревании.

Титан треххлористый (раствор) по ГОСТ 311—78: 5 см³ раствора титана треххлористого смешивают с 45 см³ соляной кислоты, разбавленной 2 : 1, прибавляют 2 гранулы металлического цинка до просветления фиолетового окрашивания раствора.

Или приготовленный раствор титана треххлористого: 0,5 г металлического титана по ГОСТ 19807—74 растворяют в 20 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают и сохраняют в склянке из темного стекла с притертой пробкой. Перед употреблением раствор разбавляют в отношении 1 : 5 соляной кислотой и добавляют 2 гранулы металлического цинка до просветления фиолетового окрашивания раствора.

Цинк гранулированный

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 440 г/дм³.

Ниобий металлический по ГОСТ 16099—80 или ГОСТ 16100—79.

Раствор ниобия с массовой концентрацией 0,001 г/см³: 0,25 г ниобия сплавляют с 2—3 г калия углекислого — натрия углекислого при 1000°С. Тигель с плавом помещают в стакан, плав выщелачивают в воде при нагревании. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289—78.

Стандартные растворы вольфрама

Раствор А: 1,7942 г вольфрамовокислого натрия растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 50 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 440 г/дм³, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе А равна 0,001 г/см³. Раствор хранят в посуде из полиэтилена. Массовую концентрацию вольфрама в растворе А проверяют по п. 4.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе Б равна 0,0001 г/см³.

Раствор В: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе В равна 0,00001 г/см³.

Растворы Б и В готовят перед употреблением и хранят в полиэтиленовой посуде.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74.

Триметилцетиламмоний бромистый с молярной концентрацией раствора 0,01 моль/дм³: 0,369 г триметилцетиламмония растворяют в 100 см³ воды при слабом нагревании или N-цетилпиридиний хлористый с молярной концентрацией раствора 0,01 моль/дм³: 0,339 г цетилпиридиния растворяют в 100 см³ воды без нагревания.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74, раствор в хлороформе с массовой концентрацией 0,65 г/дм³: 0,65 г гидрохинона растворяют при перемешивании в 80 см³ этилового спирта, прибавляют 920 см³ хлороформа и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Калий фтористый кислый (бифторид).

Железо карбонильное радиотехническое марки ПС по ГОСТ 13610—79.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Дробную навеску стали (табл. 1) помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 20 см³ соляной кислоты, 1 см³ азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески. Прибавляют 10 см³ разбавленной серной кислоты, 5 см³ ортофосфорной кислоты и дважды выпаривают до паров серной кислоты, охлаждают, соли растворяют в 15—20 см³ воды.

В случае определения содержания вольфрама в диапазоне массовых долей от 0,01 до 0,5% (табл. 1), раствор переносят в

мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности.

Таблица 1

Массовая доля вольфрама, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см³
0,002—0,005	1	Вся навеска
0,005—0,010	0,5	Вся навеска
0,01—0,05	1	10
0,05—0,1	0,5	10
0,1—0,2	0,5	5
0,2—0,5	0,3	5

Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 100 или 250 см³ и разбавляют водой приблизительно до 20 см³.

Затем в раствор аликвотной части или в весь раствор пробы добавляют 12 см³ соляной кислоты (для получения кислотности по соляной кислоте 8 моль/дм³), 15 см³ раствора двухлористого олова и 10 см³ раствора треххлористого титана. Раствор кипятят в течение 5 мин, охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 100—200 см³, смывая стенки стакана 10 см³ разбавленной соляной кислоты (1 : 1). К раствору в делительной воронке прибавляют 1 см³ раствора триметилцетиламмония бромистого (или цетилпиридиния хлористого) и 2 см³ раствора роданистого калия.

Экстрагируют ионный ассоциат в течение 1 мин, прибавляя 25,0 см³ хлороформа, содержащего гидрохинон. Экстракт фильтруют через слой ваты в кювету и измеряют оптическую плотность экстракта на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 390 до 420 нм, используя в качестве раствора сравнения хлороформ, содержащий гидрохинон.

Если образец стали содержит ниобий, экстракт сливают в полиэтиленовый сосуд, прибавляют 1 г бифторида калия и встряхивают в течение 30 с. Экстракт фильтруют через вату и измеряют оптическую плотность, как указано выше.

Одновременно с проведением анализа, в тех же условиях, проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

В зависимости от массовой доли вольфрама отбирают равные аликвотные части анализируемой пробы и контрольного опыта, указанные в табл. 1.

Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптуической плотности анализируемого раствора.

Массу вольфрама находят по градуировочному графику.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 250 см³ помещают навеску карбонильного железа 0,5 г и прибавляют 1,0; 2,0; 5,0; 8,0 см³ раствора В вольфрама при массовой доле менее 0,01% или 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 см³ раствора Б вольфрама при массовой доле 0,01—0,5%, приливают раствор ниобия, если он присутствует в пробе в количестве, соответствующем его массе в навесках проб, и далее поступают, как описано в п. 2.3.1. Аликвотная часть раствора при построении градуировочного графика 10 см³.

В качестве раствора сравнения применяют хлороформ, содержащий гидрохинон.

Градуировочный график строят по найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам вольфрама.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса вольфрама, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля вольфрама, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,005	0,002
Св. 0,005 » 0,010	0,003
» 0,010 » 0,020	0,006
» 0,020 » 0,050	0,010
» 0,05 » 0,10	0,015
» 0,10 » 0,20	0,020
» 0,20 » 0,50	0,030

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
(при массовой доле вольфрама от 0,1 до 6,0 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в солянокислой среде окрашенного в зеленовато-желтый цвет комплексного соединения пятива-

лентного вольфрама с роданистым аммонием в присутствии восстановителя треххлористого титана и измерении оптической плотности раствора на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 390 до 420 нм.

Железо, хром и никель предварительно отделяют гидроксидом натрия.

Метод применим для сталей, содержащих молибден и ванадий не более 10-кратных количеств по отношению к вольфраму.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77, разбавленная 2 : 1 и 1 : 100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь серной и фосфорной кислот: к 600 $см^3$ воды осторожно при перемешивании приливают 150 $см^3$ серной кислоты и затем 150 $см^3$ фосфорной кислоты. Охлаждают, разбавляют водой до 1 $дм^3$ и перемешивают.

Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208—72.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой концентрацией 40 г/$дм^3$, 200 г/$дм^3$.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, растворы с массовой концентрацией 200 г/$дм^3$, 500 г/$дм^3$.

Титан треххлористый (раствор) по ГОСТ 311—78: 5 $см^3$ раствора титана треххлористого смешивают с 45 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной (2 : 1), прибавляют 2 гранулы металлического цинка до просветления фиолетового окрашивания раствора.

Или приготовленный раствор титана треххлористого: 0,5 г металлического титана по ГОСТ 19807—74 растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты. Раствор охлаждают и сохраняют в склянке из темного стекла с притертой пробкой. Перед употреблением раствор разбавляют в отношении 1 : 5 соляной кислотой и добавляют 2 гранулы металлического цинка до просветления фиолетового окрашивания раствора.

Цинк гранулированный.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289—78, стандартный раствор. 1,7942 г вольфрамовокислого натрия растворяют в 100 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 20 г/$дм^3$. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки раствором гидроокиси натрия с массовой концентрацией 20 г/$дм^3$, перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе равна 0,001 г/дм³. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор с массовой концентрацией молибдена 0,001 г/дм³: 1,8402 г аммония молибденовокислого растворяют в воде при нагревании, раствор охлаждают, доливают водой до 1 дм³, перемешивают.

Аммоний ванадиевокислый (мета) по ГОСТ 9336—75, раствор с массовой коцентрацией ванадия 0,001 г/см³: 2,296 г аммония ванадиевокислого растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты (1 : 4), разбавляют водой до 1 дм³, перемешивают.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для определения массовой доли вольфрама берут навески стали:

1 г — при массовой доле вольфрама от 0,1 до 1,0%;

0,5 г — при массовой доле вольфрама от 1,0 до 3,0%;

0,25 г — при массовой доле вольфрама от 3,0 до 6,0%, помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, 10 см³ азотной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до растворения навески.

После растворения навески содержимое стакана охлаждают, приливают 30 см³ смеси кислот и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Стенки стакана осторожно обмывают водой и снова выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. После охлаждения раствор осторожно разбавляют водой до 100 см³ и нагревают до растворения осадка солей. При анализе сталей, содержащих ванадий, к раствору добавляют 1—2 г соли Мора. К полученному раствору приливают 90 см³ 20%-ного раствора гидроокиси натрия, содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Через 20—30 мин часть раствора отфильтровывают через два сухих фильтра «белая лента». Первые порции фильтрата отбрасывают. В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают аликвотную часть полученного фильтрата, равную 20 см³ (при массовой доле вольфрама от 0,1 до 0,5%) и 10 см³ (при массовой доле вольфрама свыше 0,5 до 6,0%), приливают 15 см³ 4%-ного раствора гидроокиси натрия, 2 см³ 50%-ного раствора роданистого аммония, 45 см³ соляной кислоты (2 : 1), перемешивают и охлаждают до 14—17°С. К содержимому колбы добавляют 12—15 капель раствора треххлористого титана порциями по 4—5 капель, тщательно перемешивая раствор после каждого прибавления реактива. При анализе сталей, содержащих молибден, раствор треххлористого титана добавляют порциями по 4—5 капель через 0,5—1 мин до исчезновения окраски комплексного соединения молибдена с

роданид-ионом и добавляют 5 капель в избыток. Колбу с раствором оставляют на 10 мин до образования устойчивой желто-зеленой окраски, затем доливают до метки раствор соляной кислотой (2 : 1), перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 390 до 420 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы находят массу вольфрама по градуировочному графику.

3.3.2. *Построение градуировочного графика для массовой доли вольфрама от 0,1 до 0,5%*

В шесть стаканов вместимостью 300 см^3 каждый помещают по 1 г карбонильного (электролитического) железа или низкоуглеродистой стали, не содержащих вольфрам. В пять стаканов приливают последовательно 1; 2; 3; 4; 5 см^3 стандартного раствора вольфрама. При анализе сталей, содержащих молибден и ванадий, во все шесть стаканов прибавляют их раствор с массовой концентрацией молибдена или ванадия по 0,001 г/см^3 в количествах, соответствующих массовой доле в анализируемом образце.

Затем приливают по 30 см^3 соляной кислоты, по 10 см^3 азотной кислоты, накрывают стаканы часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Содержимое стаканов охлаждают, приливают по 30 см^3 смеси кислот и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Стенки стаканов осторожно обмывают водой и снова выпаривают растворы до выделения паров серной кислоты. После охлаждения растворы осторожно разбавляют водой до 100 см^3 и нагревают до растворения осадка солей и далее по п. 3.3.1.

В качестве раствора сравнения используют раствор карбонильного (электролитического) железа без добавления стандартного раствора вольфрама (навеска в шестом стакане).

3.3.3. *Построение градуировочного графика для массовой доли вольфрама от 1 до 3%*

В семь стаканов вместимостью 300 см^3 каждый помещают по 0,5 г карбонильного (электролитического) железа или низкоуглеродистой стали, не содержащих вольфрам. В шесть стаканов приливают последовательно 5; 7; 9; 11; 13; 15 см^3 стандартного раствора вольфрама. Затем приливают в семь стаканов по 30 см^3 смеси кислот и далее поступают, как описано в п. 3.3.1.

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам вольфрама строят градуировочный график.

3.3.1—3.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю вольфрама (X) вычисляют по п. 2.4.1.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения не должны превышать величин, указанных в табл. 2 и 4.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (при массовой доле вольфрама от 0,3 до 18 %)

3а.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в зеленовато-желтый цвет комплексного соединения пятивалентного вольфрама с роданид ионами в присутствии восстановителей — двухлористого олова и трехвалентного титана в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 4—6 моль/дм³ и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 400—410 нм. Вольфрам определяют на фоне сопутствующих элементов.

Влияние молибдена и ванадия компенсируется введением их в раствор градуировочного графика, в варианте дифференциальной фотометрии — введением их в раствор сравнения.

3а.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 2 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 9.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой концентрацией 200 г/дм³; 40 г/дм³; 440 г/дм³.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845—79 (сегнетовая соль), раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³.

Олово двухлористое 2-водное по ТУ 6—09—5384—88, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³: 250 г олова двухлористого растворяют в 200 см³ соляной кислоты, разбавляют до 1 дм³ водой, перемешивают. Раствор фильтруют и прибавляют 2—3 гранулы олова металлического.

Олово гранулированное по ГОСТ 860—75.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм³, свежеприготовленный.

Титан треххлористый по ГОСТ 311—78, раствор: 1 часть раствора треххлористого титана разбавляют 75 частями разбавленной серной кислоты 1 : 9. Раствор готовят перед употреблением.

Железо карбонильное радиотехническое марки ПС по ГОСТ 13610—79.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289—78.

Стандартный раствор вольфрама с массовой концентрацией 0,001 г/см³, приготовленный по п. 3.2.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор с массовой концентрацией молибдена 0,001 г/см³: 1,84 г молибденовокислого аммония помещают в стакан и растворяют в воде при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75, раствор с массовой концентрацией ванадия 0,001 г/см³: 2,3 г аммония ванадиевокислого растворяют в 50 см³ воды, добавляют 150 см³ азотной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и перемешивают.

3а.3. Проведение анализа

3а.3.1. *Вариант спектрофотометрии при массовой доле вольфрама от 0,3 до 10%*

Дробную навеску стали (табл. 2а) помещают в стакан, прибавляют 30 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1 и кипятят до полного растворения навески, затем прибавляют 20 см³ разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают до паров серной кислоты. После охлаждения соли растворяют в 50 см³ воды при нагревании. К охлажденному раствору прибавляют раствор гидроксида натрия (200 г/дм³) до выпадения осадка гидроксида железа и 10 см³ в избыток, прибавляют 20 см³ раствора калия-натрия виннокислого и 25 см³ разбавленной серной кислоты 1 : 1. Раствор тщательно перемешивают после добавления каждого реактива. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (табл. 2а) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора двухлористого олова, через 2 мин прибавляют 15 см³ раствора гидроксида натрия (40 г/дм³), 45 см³ разбавленной 2 : 1 соляной кислоты, 2 см³ раствора роданистого аммония и 2 см³ раствора треххлористого титана, через 5 мин разбавляют водой до метки и перемешивают.

Таблица 2а

Массовая доля вольфрама, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,3 до 1,0	1	10
Св. 1,0 » 3,0	0,5	5
» 3,0 » 6,0	0,25	5
» 6,0 » 10	0,25	2

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре в области длин волн 390—420 нм или спектрофотометре при длине волны 400—410 нм. В качестве раствора сравнения ис-

пользуют аликвотную часть раствора, содержащую все реактивы, кроме роданистого аммония и треххлористого титана.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности анализируемого раствора.

Для построения градуировочного графика в стаканы помещают навеску карбонильного железа, растворы ванадия и молибдена в количестве, соответствующем их массе в навеске анализируемого образца, стандартный раствор вольфрама в возрастающих количествах с таким расчетом, чтобы масса вольфрама в испытуемой пробе была в середине графика, приливают 30 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1 и далее по п. 3а.3.1.

3а.3.2. *Вариант дифференциальной фотометрии при массовой доле вольфрама от 10 до 18%*

Навеску стали 0,5 г помещают в стакан, прибавляют 30 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1 и далее по п. 3а.3.1.

Аликвотную часть раствора 5 см³, содержащую 1100—2000 мкг вольфрама, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ раствора двухлористого олова, через 2 мин 15 см³ раствора гидроксида натрия (40 г/дм³), 45 см³ разбавленной 2 : 1 соляной кислоты, 2 см³ раствора роданистого аммония и 2 см³ раствора треххлористого титана, через 5 мин разбавляют водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 10—30 мм в области волн 390—420 нм относительно раствора сравнения.

Для приготовления раствора сравнения в стакан помещают навеску карбонильного железа, растворы ванадия и молибдена в количествах, соответствующих их массе в навеске анализируемого образца, 40—50 см³ стандартного раствора вольфрама с массовой концентрацией 0,001 г/см³, прибавляют 30 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1 и далее поступают, как описано в п. 3а.3.1.

Для построения градуировочного графика к аликвотной части раствора сравнения прибавляют стандартный раствор вольфрама с массовой концентрацией 0,0001 г/см³ в возрастающих количествах с таким расчетом, чтобы масса вольфрама в испытуемой пробе была в середине графика, прибавляют 2 см³ раствора двухлористого олова, через 2 мин 15 см³ раствора гидроксида натрия (40 г/дм³), 45 см³ разбавленной 2 : 1 соляной кислоты, 2 см³ раствора роданистого аммония и 2 см³ треххлористого титана. Через 5 мин разбавляют до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин относительно раствора сравнения.

Градуировочный график строят по найденным значениям оптической плотности и соответствующим значениям массы вольфрама в стандартных растворах, добавленных к аликвотной части раствора сравнения.

3а.4. Обработка результатов

3а.4.1. Массовую долю вольфрама (X) в процентах для диапазона определяемых содержаний от 0,3 до 10,0% вычисляют, как указано в п. 2.4.1.

Массовую долю вольфрама (X) в варианте дифференциальной спектрофотометрии вычисляют по формуле

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

где m_1 — сумма массы вольфрама, найденная по градуировочному графику, и массы, введенной в раствор сравнения, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3а.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2 и 2б.

Таблица 2б

Массовая доля вольфрама, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,50 до 1,0	0,05
Св. 1,0 » 2,0	0,07
» 2,0 » 3,0	0,10
» 3,0 » 5,0	0,15
» 5,0 » 10,0	0,20
» 10,0 » 18,0	0,30

Разд. 3а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

4. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на гидролитическом осаждении вольфрамовой кислоты в присутствии желатины и гравиметрическом определении в виде трехокиси вольфрама с введением поправок на содержание вольфрама в фильтрате от вольфрамовой кислоты, определяемого фотометрическим методом, и поправок на содержание примесей: Fe_2O_3; TiO_2; Cr_2O_3; MoO_3; V_2O_5; Ta_2O_5; Nb_2O_5 в трехокиси вольфрама.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр с принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 10 и раствор с молярной концентрацией 3 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78, разбавленная 1 : 1, 1 : 3, 1 : 5 и 1 : 9.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 3 и 1 : 1.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор 5 г/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³.

Калий кислый сернокислый по ГОСТ 4223—75.

Железо карбонильное.

Стандартные растворы железа

Раствор А: 0,2500 г железа растворяют при умеренном нагревании в 10 см³ соляной кислоты. После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содрежит 0,0005 г железа.

Раствор Б: 25,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,000025 г железа.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

1,10-фенантролин, раствор с массовой концентрацией 1,5 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, добавляют 240 см³ уксусной кислоты, разбавляют водой до 1000 см³ и, в случае необходимости, фильтруют.

Смесь реакционная: 1 часть раствора солянокислого гидроксиламина, 1 часть раствора 1,10-фенантролина смешивают с 3 частями раствора уксуснокислого натрия; готовят перед употреблением.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм³.

Титан по ГОСТ 19807—74.

Стандартные растворы титана

Раствор А: 0,100 г титана растворяют при нагревании в 100 см³ раствора серной кислоты (1 : 5). После растворения раст-

вор окисляют, добавляя по каплям азотной кислоты и коротким кипячением удаляют окислы азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 5) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г титана.

Раствор Б: 10,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 5) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г титана.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³ свежеприготовленный.

Спитр этиловый по ГОСТ 5962—67.

Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ в этиловом спирте.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Стандартный раствор хрома: 0,0566 г двухромовокислого калия, предварительно высушенного при 150°С, растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,00002 г хрома.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79.

Калий роданистый, с массовой концентрацией 100 г/дм³ по ГОСТ 4139—75.

Олово металлическое в гранулах по ГОСТ 860—75.

Олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³: 100 г хлористого олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты и раствор разбавляют водой до 1000 см³. К приготовленному таким образом раствору прибавляют несколько гранул металлического олова.

Молибден металлический высокой чистоты по нормативно-технической документации.

Стандартные растворы молибдена.

Раствор А: 0,500 г молибдена растворяют в 10 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и 10 см³ азотной кислоты. Раствор упаривают до выделения белых паров серной кислоты, после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0005 г молибдена.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,00005 г молибдена.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289—78, раствор с массовой концентрацией 160 г/дм³.

Ванадия пятиокись.

Стандартные растворы ванадия.

Раствор А: 0,4462 г пятиокиси ванадия растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты (1 : 9) и 5 см³ азотной кислоты. Раствор упаривают до выделения белых паров серной кислоты, после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 9) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0005 г ванадия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 9) и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,00005 г ванадия.

Калий углекислый по ГОСТ 4221—76.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³, с добавкой 1 см³ аммиака на 1000 см³ раствора.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360—87, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ в этиловом спирте.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Массу навески стали в зависимости от массовой доли вольфрама определяют по табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля вольфрама, %	Масса навески, г
От 3 до 8	2
Св. 8 до 20	1

Навеску помещают в стакан вместимостью 600 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют в 50—70 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1) при температуре, близкой к точке кипения (90°С), до прекращения выделения пузырьков водорода. В случае труднорастворимой стали, во время растворения пробы прибавляют раствор соляной кислоты (1 : 1), доливая его в стакан до первоначального объема. После окончания разложения пробы нагревание прекращают и раствор окисляют, добавляя по каплям раствор азотной кислоты до прекращения выделения окислов азота; затем прибавляют избыток около 1 см³ раствора азотной кислоты. Раствор нагревают до 60—80°С, периодически перемешивая его, до выделения желтого осадка вольфрамовой кислоты. Затем раствор разбавляют горячей водой до объема около 150 см³, прибавляют 10 см³ раствора желатина, небольшое количество бумажной массы и нагревают раствор, периодически перемешивая, до

температуры около 90°С в течение 30 мин. При массовой доле молибдена свыше 1% раствор оставляют стоять 36 ч для полного выделения осадка вольфрамовой кислоты.

Раствор над осадком отфильтровывают через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество бумажной массы, осадок вольфрамовой кислоты в стакане промывают сначала 2—3 раза декантированием, затем промывают осадок на фильтре 10—12 раз водой.

Фильтр с осадком перносят во взвешенный платиновый тигель. Остаток вольфрамовой кислоты со стенок стакана оттирают куском фильтровальной бумаги, насыщенной раствором аммиака (1 : 3), присоединяют к осадку в тигле, сжигают и остаток в тигле прокаливают при (800±50)°С. По охлаждении прибавляют 1—2 капли раствора серной кислоты (1 : 1) и 1—3 см³ раствора фтористоводородной кислоты, выпаривают досуха, прокаливают при (800±50)°С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают осадок трехокиси вольфрама.

Фильтрат выпаривают до небольшого объема и далее поступают, как указано в п. 3.3. При анализе сталей, содержащих более 1% молибдена и ванадия для добора вольфрама, используют экстракционно-фотометрический метод по тексту п. 2.3. Найденную массу вольфрама в граммах пересчитывают на трехокись вольфрама, умножая на 1,2619 и прибавляя к результату гравиметрического определения трехокиси вольфрама.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.2. Определение примесей Fe_2O_3, Cr_2O_3, MoO_3, V_2O_5, TiO_2, Nb_2O_5 и Ta_2O_5 в осадке трехокиси вольфрама проводят следующим образом.

4.3.2.1. При анализе сталей, не содержащих ниобия и тантала, трехокись вольфрама в платиновом тигле сплавляют с 5 г безводного углекислого натрия. Плав выщелачивают 100 см³ горячей воды и раствор с осадком фильтруют через фильтр средней плотности с бумажной массой. Остаток на фильтре промывают сначала 5—8 раз раствором углекислого натрия и затем 2—3 раза водой. Осадок на фильтре применяют для определения Fe_2O_3 и TiO_2, в фильтрате определяют Cr_2O_3, MoO_3 и V_2O_5.

Для определения Fe_2O_3 и TiO_2 фильтр с осадком сжигают в платиновом тигле и остаток сплавляют с 2 г кислого сернокислого калия. Плав растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Определение Fe_2O_3: аликвотную часть объемом от 10 до 20 см³ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до объема около 50 см³, нейтрализуют раствором аммиака (1 : 1) по фенолфталеину и затем подкисляют 2 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). Прибавляют 25 см³

реакционной смеси, доливают водой до метки и перемешивают. По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм. Раствором сравнения служит вода. Массу железа в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

Для построения графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ добавляют 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0 и 16,0 см³ стандартного раствора железа Б. Во все колбы добавляют воды до 50 см³ и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу Fe_2O_3 в граммах вычисляют по формуле

$$Fe_2O_3 = \frac{m_1 \cdot 1{,}430 \cdot m}{m_3},$$

где m_1 — масса железа в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 — масса навески, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m — масса навески стали, г;

1,430 — коэффициент пересчета Fe на Fe_2O_3.

Определение TiO_2: в две мерные колбы вместимостью 50 см³ переносят по 20 см основного раствора, прибавляют 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и через 3 мин по 10 см³ 3 М раствора соляной кислоты. Затем к одной из колб прибавляют 10 см³ раствора диантипирилметана. После прибавления каждого из растворов содержимое колб перемешивают, доливают водой до метки и вновь перемешивают. По истечении 60 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора при длине волны 395 нм. Раствором сравнения служит часть основного раствора с добавлением всех реактивов, за исключением диантипирилметана. Массу титана в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

Для построения графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 50 см³ добавляют по 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0 и 16,0 см³ стандартного раствора титана Б. Во все колбы добавляют воды до 20 см³, по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу TiO_2 в граммах вычисляют по формуле

$$TiO_2 = \frac{m_1 \cdot 1{,}668 \cdot m}{m_3},$$

где m_1 — масса титана в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 — масса навески, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m — масса навески стали, г;

1,668 — коэффициент пересчета Ti на TiO_2.

Для определения Cr_2O_3, MoO_3 и V_2O_5 к фильтрату, полученному после выделения железа и титана, прибавляют раствор соляной кислоты (1 : 1) до кислой реакции (контроль индикаторной бумажкой) и кипятят приблизительно 20 мин, затем разбавляют раствор 30—40 см³ горячей воды, кипятят еще 5 мин и фильтруют через фильтр средней плотности. Фильтр с осадком вольфрамовой кислоты промывают раствором соляной кислоты (1 : 10). К фильтрату прибавляют 6 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до выделения белых паров серной кислоты. После охлаждения прибавляют 50 см³ воды, раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают. Из полученного таким образом основного раствора отбирают аликвотные части для определения Cr_2O_3, MoO_3 и V_2O_5.

Определение Cr_2O_3: из основного раствора переносят аликвотную часть 25 см³ в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют 3 см³ раствора азотнокислого серебра, 10 см³ раствора надсернокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят до полного разрушения избытка надсернокислого аммония. После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2 см³ раствора дифенилкарбазида, доводят водой до метки и перемешивают. По истечении 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 520 нм. Раствором сравнения служит вода. Массу хрома в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы. Для построения графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 50 см³ добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора хрома. Во все колбы добавляют по 1 см³ раствора серной кислоты (1 : 3), разбавляют водой до 20 см³ и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу Cr_2O_3 в граммах вычисляют по формуле

$$Cr_2O_3 = \frac{m_1 \cdot 1{,}4614 \cdot m}{m_3},$$

где m_1 — масса хрома в анализируемом растворе, найденная по

градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 — масса навески, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m — масса навески стали, г;

1,4614 — коэффициент пересчете Cr на Cr_2O_3.

Определение MoO_3: из основного раствора переносят аликвотную часть 25 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2 г виннокислого калия-натрия, 10 см³ раствора роданистого калия и перемешивают. Затем прибавляют 10 см³ раствора хлористого олова, содержимое колбы доводят водой до метки и перемешивают. По истечении 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 490 нм. Раствором сравнения служит вода. Массу молибдена в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы. Для построения графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 50 см³ добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора молибдена Б. Во все колбы добавляют воды до 25 см³ и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу MoO_3 в граммах вычисляют по формуле

$$MoO_3 = \frac{m_1 \cdot 1{,}500 \cdot m}{m_3},$$

где m_1 — масса молибдена в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 — масса навески пробы, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m — масса навески стали, г;

1,500 — коэффициент пересчета Mo на MoO_3.

Определение V_2O_5: из основного раствора переносят аликвотную часть 75 см³ в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 5 см³ раствора фосфорной кислоты, 2 см³ раствора вольфрамовокислого натрия и нагревают до кипения. После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 365 нм. Раствором сравнения служит вода. Массу ванадия в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

Для построения графика в шесть из семи стаканов вместимостью по 200 см³ добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора ванадия Б. Во все стаканы добавляют воды до объема 75 см³, по 5 см³ раствора фосфорной кислоты и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу V_2O_5 в граммах вычисляют по формуле

$$V_2O_5 = \frac{m_1 \cdot 1{,}785\ m}{m_3},$$

где m_1 — масса ванадия в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 — масса навески пробы, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m — масса навески стали, г;

1,785 — коэффициент пересчета V на V_2O_5.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.2.2. При анализе сталей, содержащих ниобий и тантал, трехокись вольфрама сплавляют в платиновом тигле с 5 г безводного углекислого калия. Плав выщелачивают 100 см³ горячей воды и раствор с осадком фильтруют через фильтр средней плотности с бумажной массой, собирая фильтрат в мерной колбе вместимостью 250 см³. Фильтр с осадком промывают раствором углекислого калия и затем применяют его для определения Fe_2O_3 и TiO_2 по п. 4.3.2.1. Фильтрат в мерной колбе доливают водой до метки, перемешивают и применяют для определения Nb_2O_5, Ta_2O_5, Cr_2O_3, MoO_3 и V_2O_5.

Для определения Nb_2O_5 и Ta_2O_5 из фильтрата переносят аликвотную часть 100 см³ в стакан вместимостью 400 см³. Подкисляют азотной кислотой до кислой реакции (контроль индикаторной бумажкой), кипятят в течение недолгого времени и нейтрализуют аммиаком. Затем осаждают ниобий и тантал прибавлением 15 см³ раствора аммиака (1 : 3), вновь недолго кипятят и раствору с осадком дают стоять 30 мин при температуре около 80°С. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и несколько раз промывают раствором азотнокислого аммония. Фильтр с осадком переносят во взвешенный платиновый тигель, сжигают, прокаливают и после охлаждения взвешивают $Nb_2O_5+Ta_2O_5$.

Массу $Nb_2O_5+Ta_2O_5$ в граммах вычисляют по формуле

$$Nb_2O_5+Ta_2O_5 = \frac{(m_1-m_2)\cdot m}{m_3},$$

где m_1 — масса $Nb_2O_5+Ta_2O_5$ в анализируемой части раствора, г;

m_2 — масса $Nb_2O_5+Ta_2O_5$ в контрольном опыте, г;

m_3 — масса навески, соответствующая отобранной части раствора, г;

m — масса навески стали, г.

Для определения Cr_2O_3, MoO_3 и V_2O_5 из фильтрата в мерной колбе отбирают аликвотную часть 100 см^3 и анализ проводят по п. 4.3.2.1.

4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m - m_1 + m_2 - m_3) \cdot 0{,}7931 \cdot 100}{m_4},$$

где m — масса трехокиси вольфрама в анализируемом растворе, г;

m_1 — масса трехокиси вольфрама в растворе контрольного опыта, г;

m_2 — масса трехокиси вольфрама, определенная фотометрическим методом в фильтрате после отделения вольфрамовой кислоты, г;

m_3 — масса примесей ($Fe_2O_3 + TiO_2 + Nb_2O_5 + Ta_2O_5 + Cr_2O_3 + MoO_3 + V_2O_5$), г;

m_4 — масса навески стали, г;

0,7931 — коэффициент пересчета трехокиси вольфрама на вольфрам.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2б и 4.

Таблица 4

Массовая доля вольфрама, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 10,0 до 20,0	0,30

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru