



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

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

Сдано в наб. 19.11.87 Подл. в печ. 07.01.88 Э, 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,
Новопресиженский пер., 3

Набрано в Издательстве стандартов на НПУ

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

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Методы определения вольфрама

ГОСТ

25278.13-87

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

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.

Электродная муфельная печь с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°C .

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 пиросульфидный 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: $0,5\text{ г}$ 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 $0,1\text{ г}$ помещают в кварцевый тигель, добавляют 3-4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре $700-900^{\circ}\text{C}$ до получения прозрачного шлага (если сплавление проходит не полностью, шлаг охлаждают, добавляют несколько капель концентрированной серной кислоты и повторяют процедуру сплавления до получения прозрачного шлага). Охлажденный шлаг 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 см³ раствором шавелевокислого аммония, приливают 2,5 см³ раствора роданистого калия, 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, и 0,5 см³ 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 $\lambda_{\text{max}} = 400$ 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

$$X = \frac{x_1 \cdot D_x}{D_c} \cdot 100$$

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 допустимых 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/дм³

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 см³ (диаметром не более 30 мм).

Стаканы химические стеклянные вместимостью 50 см³.

Стекла часовые диаметром 40 мм.

Пипетки с делениями на 5 и 10 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 500 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

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

Аммоний сернистый по ГОСТ 3769-78.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712-78, раствор 20 г/дм³.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067-86, раствор 500 г/дм³.

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

Раствор треххлористого титана 150 г/дм³ (запасной), готовят следующим образом: 0,5 г металлического титана помещают в стеклянный стакан вместимостью 50 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ концентрированной соляной кислоты, накрыв стакан часовым стеклом. Первоначальный объем (10 см³) постоянно поддерживают добавлением концентрированной соляной кислоты. Полученный раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой не более 3 сут.

Раствор треххлористого титана 15 г/дм³ (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/см³ вольфрама: 0,1 г металлического вольфрама помещают в кварцевый стакан вместимостью 30–40 см³ и растворяют при сильном нагревании в 4 см³ концентрированной серной кислоты с добавлением 1 г сернистого аммония, накрыв стакан часовым стеклом. После полного растворения вольфрама плав охлаждают, добавляют 4 г щавелевокислого аммония. Часовое стекло обмывают 15–20 см³ воды, собирая смыв в тот же стакан. Содержимое стакана перемешивают и нагревают до полного растворения солей. Прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, 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 см³ и растворяют при сильном нагревании в 2 см³ концентрированной серной кислоты с добавлением 0,5 г сернокислого аммония, накрыв стакан часовым стеклом. После полного растворения навески плав охлаждают, добавляют 2 г шавелевокислого аммония. Часовое стекло обмывают 15–20 см³ воды, собирая смыв в тот же стакан. Содержимое стакана перемешивают и нагревают до полного растворения солей. Прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят до метки водой.

3.2.2. Для определения вольфрама в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть (4–8 см³), содержащую 2,1–2,5 мг вольфрама, разбавляют (при необходимости) до 8 см³ раствором шавелевокислого аммония 20 г/дм³, приливают 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, 2,5 см³ раствора роданистого аммония, 1 см³ 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 см³ отбирают 4 см³ стандартного раствора вольфрама, приливают 4 см³ раствора шавелевокислого аммония концентрацией 20 г/дм³, 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, 2,5 см³ раствора роданистого аммония, 1 см³ 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 см³ вводят из микробюретки 4,0; 4,2; 4,4; 4,6; 4,8 и 5,0 см³ стандартного раствора вольфрама, что соответствует 2,0; 2,1; 2,2; 2,3; 2,4 и 2,5 мг вольфрама. Приливают до 8 см³ раствора шавелевокислого аммония, 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, 2,5 см³ раствора роданистого аммония, 1 см³ 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, см³;

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

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-соляноокислом (4 моль/дм³ по соляной кислоте) растворе. Гидролиз тантала и гафния предотвращают введением оксалатов; гафний определению не мешает.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-50 или аналогичный прибор.

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

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы мерные вместимостью 50 и 250 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Пипетки с делениями на 2,5 и 10 см³.

Пипетки без делений на 5 и 10 см³.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 100 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

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

Калий пирросерноокислый по ГОСТ 7172-76.

Аммоний шавелевокислый по ГОСТ 5712-78, растворы 40 и 100 г/дм³.

Калий роданистый по ГОСТ 4139-75, раствор 500 г/дм³.

Титан треххлористый по ГОСТ 311-78, раствор 150 г/дм³.

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: $0,5 \text{ г}$ 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 вольфрамвокислый по ГОСТ 18289—72.

Стандартный раствор вольфрама (запасной), содержащий 1 мг/см^3 вольфрама: $1,794 \text{ г}$ вольфрамвокислого 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 $0,1 \text{ г}$ помещают в кварцевый тигель, добавляют $3\text{--}5 \text{ г}$ пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре $700\text{--}900^\circ\text{C}$ 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 $50\text{--}250 \text{ мкг}$ вольфрама, разбавляют (при необходимости) до 10 см^3 раствором щавелевокислого аммония 40 г/дм^3 ; приливают $2,5 \text{ см}^3$ раствора роданистого аммония, 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 2:1, и $0,5 \text{ см}^3$ раствора треххлористого титана (по каплям!). После добавления каждого реактива раствор перемешивают. Реактивы вводят в указанной последовательности с интервалом $2\text{--}3 \text{ мин}$, доводят до метки водой, перемешивают. Через 20 мин (окрашенные растворы устойчивы в течение 4 ч) измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\text{max}} = 400 \text{ нм}$ 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 см³ приливают из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного рабочего раствора вольфрама, что соответствует 50; 100; 150; 200 и 250 мкг вольфрама. Приливают 10 см³ раствора шавелевокислого аммония концентрацией 40 г/дм³, 2,5 см³ раствора роданистого аммония, 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, 0,5 см³ 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 $\lambda_{\text{max}} = 400$ 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, см³;

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

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, %
1,0	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/дм³) 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 см³.

Чашки стеклоуглеродные вместимостью 30 см³.

Колбы мерные вместимостью 25 см³.

Микробюретки вместимостью 5 см³.

Пипетки с делениями на 5 см³.

Пипетки без деления на 5 и 10 см³.

Мензурки мерные на 10 и 25 см³.

Стаканы стеклянные вместимостью 25 и 100 см³.

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/дм³.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712-78.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067-86, раствор 500 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор 100 г/дм³.

Вольфрама (VI) окись.

Титан металлический губчатый по ГОСТ 17746-79.

Раствор треххлористого титана (запасной) 150 г/дм³, готовят следующим образом: 0,5 г металлического титана помещают в стакан вместимостью 25 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ концентрированной соляной кислоты, накрыв стакан часовым стеклом. Первоначальный объем (10 см³) поддерживают постоянным добавлением концентрированной соляной кислоты. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой не более 3 сут.

Раствор треххлористого титана (рабочий) 15 г/дм³; готовят разбавлением запасного раствора в 10 раз в день употребления: к 1 см³ запасного раствора треххлористого титана добавляют 9 см³ свежепрокипяченной и охлажденной концентрированной соляной кислоты.

Стандартный раствор вольфрама (запасной), содержащий 0,1 мг/см³ вольфрама: 0,1261 г окиси вольфрама, прокаленной до постоянной массы при 600-700°C, помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 20-25 см³ раствора гидроокиси натрия, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Раствор вольфрама (рабочий), содержащий 20 мкг/см³ 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 см³ фтористоводородной кислоты, добавляя по каплям азотную кислоту до полного растворения навески. Раствор упаривают до влажных солей, избегая подсушивания. К остатку добавляют 12 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 8 см³ 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 см³ и доводят до метки водой.

5.2.2. Для определения вольфрама в мерную колбу вместимостью 25 см³ отбирают 5 или 10 см³ раствора, содержащие 40-100 мкг вольфрама, добавляют соляной кислоты, разбавленной 1:1, до общего объема 12 см³ (что составляет при аликвотной части 5 см³ - 9,6 см³, а при аликвотной части 10 см³ - 7,2 см³). Приливают раствор фтористого аммония до общего объема 5 см³ (что составляет при аликвотной части 5 см³ - 3,4 см³, а при аликвотной части 10 см³ - 1,8 см³), добавляют в колбу воды до общего объема около 22 см³, перемешивают. Раствор охлаждают до 15-20°С (в холодной воде), приливают 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, 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 см³, смывая чашку небольшим количеством воды так, чтобы общий объем раствора в колбе был около 22 см³. Раствор охлаждают до 15-20°С (в холодной воде), приливают 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, 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 см³ вводят из микробюретки 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ рабочего стандартного раствора вольфрама, что соответствует 5; 10; 20; 30; 40; 60; 80 и 100 мкг вольфрама. Приливают по 12 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ раствора фтористого аммония, разбавляют водой до общего объема около 22 см³, 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. Намбрива, Г.Н. Андрианова, Т.М. Малюткина, Л.Г. Обручкова,
Н.А. Разницына, 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)

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.)