

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



**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**

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 двуххлористого 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 двуххлористое 2-водное по ТУ 6—09—5384—88, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³. 10 г двуххлористого 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°C. 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 вольфрамокислый по ГОСТ 18289—78.

Стандартные растворы вольфрама

Раствор А: 1,7942 г вольфрамокислого 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 (параадиоксибензол) 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 ректифицированный 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