

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР**

ФЕРРОМОЛИБДЕН

**МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО
АНАЛИЗОВ**

**ГОСТ 13151.2—82. ГОСТ 13151.3—82,
ГОСТ 13151.6—82, ГОСТ 13151.7—82,
ГОСТ 13151.9—82, ГОСТ 13151.10—82
(СТ СЭВ 2866-81—СТ СЭВ 2871-81)**

Издание официальное

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Методы определения вольфрама

Ferromolybdenum Methods for determination
of tungstenГОСТ
13151.2—82*

[СТ СЭВ 2866—81]

Взамен
ГОСТ 13151.2—77

ОКСТУ 0850

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 мая
1982 г. № 2119 срок действия установленс 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения вольфрама в ферромolibдене:

фотометрический роданидный (при массовой доле вольфрама от 0,1 до 1,6%);

экстракционно-фотометрический (при массовой доле вольфрама от 0,1 до 1,0%).

Стандарт соответствует СТ СЭВ 2866—81 в части фотометрического роданидного метода определения вольфрама.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2а.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в солянокислой среде окрашенного в зеленовато-желтый цвет комплексного соединения пентавалентного вольфрама с роданистым аммонием в присутствии восстановителя треххлористого титана. Влияние молибдена устраняют отделением его сернистым натрием. Оптическую плотность раствора

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание август 1984 г с Изменением № 1,
утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 3—84).

© Издательство стандартов, 1985

измеряют на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 350 до 450 нм.
(Введен дополнительно, Изм. № 1).

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 винная по ГОСТ 5817—77.

Натрия перекись.

Натрий сернистый (натрий сульфид) по ГОСТ 2053—77, 30%-ный раствор.

Аммоний роданистый, 25%-ный раствор.

Титан треххлористый по ГОСТ 311—78, 15%-ный раствор.

Титана треххлористого солянокислый раствор; 10 см³ раствора треххлористого титана разбавляют до объема 100 см³ соляной кислотой (1 : 1), перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5%-ный раствор.

Натрий молибденовоокислый двуводный по ГОСТ 10931—74 и раствор: 12,60 г молибденовоокислого натрия растворяют в 500 см³ раствора гидроокиси натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация молибдена в растворе равна 0,005 г/см³.

Натрий вольфрамовоокислый по ГОСТ 18289—78.

Стандартный раствор вольфрамовоокислого натрия: 0,7178 г вольфрамовоокислого натрия растворяют в 100 см³ раствора гидроокиси натрия. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе равна 0,0004 г/см³. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,5 г помещают в железный тигель, содержащий 4 г перекиси натрия. Перемешивают и прибавляют сверху еще 2 г перекиси натрия. Тигель с содержимым нагревают на горячей плите, затем помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (750±20)°С. Плав в жидком состоянии перемешивают вращательным движением тигля и выдерживают при той же температуре в течение 3—4 мин. По окончании сплавления тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, прибавляют 150 см³ холодной воды и выщелачивают при нагревании, накрыв стакан часовым стеклом. Раствор

кипятят до полного разрушения перекиси натрия, тигель вынимают и ополаскивают водой. Охлажденный раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Осадку дают отстояться, раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. От полученного раствора отбирают аликвотную часть 100 см³, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 2 г винной кислоты, 25 см³ серной кислоты (1 : 1), 60 см³ воды, нагревают до кипения и осаждают молибден в виде сульфида 50 см³ раствора сернистого натрия, прибавляя последний небольшими порциями при перемешивании. Раствор нагревают до кипения и кипятят в течение 20 мин.

Осадок сульфида молибдена отфильтровывают на вату с добавлением небольшого количества фильтровальной массы и собирают фильтрат в коническую колбу вместимостью 500 см³.

Осадок на фильтре промывают 4—5 раз холодной водой и отбрасывают, фильтрат проверяют на полноту осаждения молибдена. Для этого к полученному фильтрату прибавляют 1 г винной кислоты, нагревают раствор до кипения, прибавляют 15 см³ раствора сернистого натрия и кипятят в течение 10—15 мин. Раствор с осадком охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Аликвотную часть раствора 20 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2,5 см³ раствора роданистого аммония, перемешивают, прибавляют 25 см³ соляной кислоты (2 : 1) и вновь перемешивают, прибавляют по каплям солянокислый раствор треххлористого титана до появления желтовато-зеленой окраски и после этого добавляют еще 1—2 капли того же раствора. Раствор в мерной колбе разбавляют соляной кислотой (2 : 1) до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 350 до 450 нм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Для учета влияния молибдена на определение вольфрама в контрольный опыт вводят молибден: в железный тигель помещают 0,75 г молибденовоокислого натрия, 6 г перекиси натрия, перемешивают, сплавляют при температуре $(750 \pm 20)^\circ\text{C}$ и проводят анализ как указано выше. Массу вольфрама находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.2. Для построения градуировочного графика при определении вольфрама от 0,1 до 0,5% в шесть конических колб вместимостью по 250 см³ помещают по 80 см³ воды, 25 см³ раствора молибденовоокислого натрия. В пять колб последовательно приливают