

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

НИОБИЙ

Методы определения вольфрама

Niobium, Methods for the determination
of tungsten**ГОСТ**
18385.1—79Взамен
ГОСТ 18385.6—73

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 мая 1979 г. № 1968 срок действия установлен

с 01.07. 1980 г.
до 01.07. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод (от 0,004 до 0,04%) и спектральный метод определения вольфрама (от 0,002 до 0,05%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18385.0—79.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА (при массовой доле вольфрама от 0,004 до 0,04%)

Метод основан на разложении образца сплавлением навески с гидроокисью натрия, отделении вольфрама от основы обработкой плава водой, экстракции комплексного соединения вольфрама с дитиолом амилацетатом (или хлороформом) и измерении оптической плотности экстракта.

Влияние десятикратного весового избытка молибдена подавляется введением избытка восстановителя — треххлористого титана.

Массовую долю вольфрама и молибдена можно определять из разных аликвотных частей одного раствора испытуемого образца.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-60 или аналогичный ему прибор.

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 800—850°C.

Тигли никелевые.

Весы аналитические.

Вольфрама триокись, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч. и 10%-ный раствор.

Микробюретка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч.

Пипетка с поршнем.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Суспензия цинк-дитиола; готовят следующим образом: 0,1 г цинк-дитиола растирают в фарфоровой ступке с минимальным количеством спирта и разбавляют тем же спиртом до 25 мл. Перед применением суспензию взбалтывают.

Титан треххлористый, 15%-ный раствор: 0,5 г титана, содержащего не менее 99,9% титана, растворяют при нагревании в 10 мл соляной кислоты в стакане вместимостью 25—50 мл, покрытом часовым стеклом. Первоначальный объем 10 мл постоянно поддерживают добавлением соляной кислоты. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой не более 3 сут.

Амилацетат, х. ч.

Хлороформ.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление стандартного раствора вольфрама и раствора А*

Стандартный раствор. 0,126 г триоксида вольфрама растворяют в нескольких миллилитрах 10%-ного раствора гидроокиси натрия; раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 л и разбавляют водой до метки.

1 мл стандартного раствора содержит 0,1 мг вольфрама.

Раствор А. 10 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем водой до метки.

1 мл раствора А содержит 0,01 мг вольфрама.

2.2.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 50 мл приливают 0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мл раствора А, доливают водой до 15 мл, прибавляют 15 мл соляной кислоты и перемешивают. Приливают 8—10 капель раствора треххлористого титана (появление фиолетового окрашивания) и нагревают до кипения. Растворы слегка охлаждают, приливают 1 мл суспензии цинк-дитиола и переводят в цилиндры со стеклянной пробкой вместимостью 50—60 мл. Ци-

линдры помещают в стакан с кипящей водой на 5—7 мин. Растворы охлаждают, переводят в делительную воронку вместимостью 50 мл, приливают из микробюретки или пипеткой с поршнем 5 мл амилацетата (или хлороформа), взбалтывают 1 мин и после расслаивания фаз водную фазу отбрасывают.

Полученные экстракты последовательно переводят в сухую кювету фотоэлектроколориметра с толщиной поглощающего свет слоя 5—10 мм, а при массе вольфрама в растворе более 24 мкг— в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм. Кювету покрывают крышкой, дают экстракту отстояться от пузырьков и измеряют оптическую плотность каждого экстракта, как указано в ГОСТ 18385.0—79 при длине волны 660 нм со светофильтром № 6. В качестве нулевого раствора применяют воду.

2.3. Проведение анализа

0,3—0,5 г стружки ниобия (при массовой доле вольфрама до 0,02% берут 0,5 г, свыше 0,02% — 0,3 г) помещают в никелевый тигель, где предварительно расплавлен на электроплитке 1 г гидроокиси натрия, добавляют еще 3 г гидроокиси натрия, тигель помещают в холодный муфель, доводят температуру до 800—850°C и сплавляют до получения однородного плава. Тигель с расплавом охлаждают и обрабатывают при кипячении 60 мл воды в стакане вместимостью 150—200 мл.

После охлаждения раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют для отстаивания осадка. Отбирают 10—15 мл прозрачного раствора в стакан вместимостью 50—70 мл, разбавляют водой до 15 мл, приливают 15 мл соляной кислоты и перемешивают. Прибавляют 1,5 мл свежеприготовленного раствора треххлористого титана, оставляют на 10 мин при перемешивании и нагревают до кипения. Раствор слегка охлаждают, приливают 1 мл суспензии цинкдитиола и переводят в цилиндр вместимостью 50—70 мл со стеклянной пробкой. Цилиндры помещают в стакан с кипящей водой на 5—7 мин. Растворы охлаждают, переводят в делительную воронку вместимостью 50 мл, приливают из микробюретки или пипеткой с поршнем 5 мл амилацетата (или хлороформа), используя тот экстрагент, который применялся при приготовлении растворов (см. п. 2.2.2), и взбалтывают 1 мин. После расслоения водную фазу отбрасывают, а экстракт переводят в сухую кювету и измеряют оптическую плотность (п. 2.2.2).

Одновременно с анализом в тех же условиях проводят два параллельных контрольных опыта для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

Оптическая плотность раствора контрольного опыта не должна превышать 0,01. Из значения оптической плотности анализи-

руемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

Массу вольфрама в растворе пробы находят по градуировочному графику.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot V \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где m — масса вольфрама, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем аликвотной части, мл;

m_1 — масса навески, г.

Разность результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля вольфрама, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
0,004	0,001
0,01	0,002
0,02	0,003
0,04	0,005

2.4.2. Проверка правильности результатов

Правильность результатов анализа контролируют методом добавок. В три никелевых тигля помещают по 1 мл стандартного раствора (по 0,1 мг вольфрама) и выпаривают досуха при осторожном нагревании. В каждый тигель добавляют по 1 г гидроокиси натрия, нагревают до расплавления и вводят 0,5 г ниобия, массовая доля вольфрама в котором составляет около 0,02%. Добавляют в тигли по 3 г гидроокиси натрия, помещают в муфель и далее анализируют по пп. 2.3; 2.4.

За результат анализа образца с добавкой принимают среднее арифметическое из полученных трех результатов единичных определений. Найденное значение добавки — разность между результатами анализа образца с добавкой и первоначально полученным результатом анализа того же образца без добавки — должна быть в пределах $0,02 \pm 0,0025\%$.

Если найденное значение добавки выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов повторяют, увели-