

УДК 669.715.543.06 : 006.354

Группа В59

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**

**СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ**

Методы определения вольфрама

Titanium alloys.  
Methods for the determination of tungsten

**ГОСТ**

**19863.4—91**

ОКСТУ 1809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические (при массовой доле от 0,1 до 6,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,5 до 6,0%) методы определения вольфрама.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА**

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

**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в растворе серной кислоты, образовании желтого комплексного соединения пентавалентного вольфрама с роданистым аммонием после предварительного восстановления шестивалентного вольфрама треххлористым титаном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 400 нм.

Титан, железо, никель и хром предварительно отделяют гидроксидом натрия. Влияние молибдена при соотношении молибдена и вольфрама не более чем 1:1 устраняют добавлением соответствующей массовой доли молибдена при построении градуировочного графика.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Печь муфельная с терморегулятором.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678.

Адсорбент (мацерированная бумага): 100 г измельченных фильтров («красная лента») помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 300 см<sup>3</sup> воды и перемешивают мешалкой до получения однородной массы.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и растворы 2:1, 1:1 и 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup> и раствор 1:5.

Смесь кислот: к 300 см<sup>3</sup> соляной кислоты приливают 100 см<sup>3</sup> азотной кислоты и перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 20 г/дм<sup>3</sup> и 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Титан по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Титан треххлористый, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2:1, накрывают часовым стеклом или воронкой и растворяют при нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором соляной кислоты 2:1 до метки и перемешивают. Раствор пригоден для применения в течение 4 сут при хранении в темном месте в колбе с пробкой.

Натрий вольфрамвокислый 2-водный по ГОСТ 18289.

Стандартный раствор вольфрама: 1,7941 г вольфрамвокислого натрия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия 20 г/дм<sup>3</sup> и растворяют при умеренном нагревании.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают раствором гидроксида натрия 20 г/дм<sup>3</sup> до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г вольфрама.

Для установления массовой концентрации вольфрама аликвотные части по 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора вольфрама помещают в три стакана вместимостью по 400 см<sup>3</sup>, приливают по 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают до объема 5—6 см<sup>3</sup>. Затем приливают по 100 см<sup>3</sup> кипящей воды, кипятят 15 мин, добавляют мацерированную бумагу и взбалтывают.

Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности («бе-

лая лента») и промывают 5—6 раз раствором азотной кислоты, нагретым до 30—40°C.

Фильтр с осадком помещают в доведенный при температуре 750—800°C до постоянной массы и взвешенный фарфоровый или платиновый тигель, подсушивают, осторожно озоляют при температуре 400—500°C, прокаливают в муфельной печи при температуре 750—800°C в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию вольфрамовокислого натрия по вольфраму ( $T$ ) в г/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле

$$T = \frac{(m - m_1) \cdot 0,7930}{V}, \quad (1)$$

где  $m$  — масса тигля с осадком, г;

$m_1$  — масса тигля, г;

$V$  — объем раствора вольфрамовокислого натрия, взятый для установления массовой концентрации, см<sup>3</sup>;

0,7930 — коэффициент пересчета трехоксида вольфрама на вольфрам.

Железо (III) хлорид 6-водное по ГОСТ 4147, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>: 100 г хлорида железа (III) помещают в стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в 200 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:4, приливают 700 см<sup>3</sup> воды и перемешивают.

Молибден металлический высокой чистоты по ТУ 48-19-69, содержащий не менее 99,5% молибдена.

Стандартный раствор молибдена: 1 г молибдена помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 30 см<sup>3</sup> смеси кислот. Затем приливают 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:1 и выпаривают до появления белых паров. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей; раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г молибдена.

Метилловый оранжевый: 0,1 г реагента растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при слабом нагревании.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:3 и нагревают до полного растворения. В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, три капли в избыток, выпаривают до появления густых белых паров и продолжают нагревание в течение 3 мин.

С. 4 ГОСТ 19863.4—91

Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 40 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей, перемешивают, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора хлорида железа (III), 40 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия 200 г/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Раствор переводят порциями по 10 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, содержащую 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, нагретого до температуры 80—85°C. Колбу обмывают 10 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроксида натрия 200 г/дм<sup>3</sup>, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры в проточной воде, доливают водой до метки и перемешивают.

Осадку дают отстояться в течение 15—20 мин, раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония, 45 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, перемешивают и охлаждают до температуры 15—17°C.

Таблица 1

Массовая доля вольфрама, %	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>
От 1,0 до 3,0 включ.	10
Св. 3,0 » 6,0 »	5

К охлажденному раствору приливают пятнадцать капель (порциями по пять капель) раствора треххлористого титана. В случае присутствия в сплаве молибдена треххлористый титан приливают порциями по четыре капли до исчезновения красно-оранжевой окраски комплексного соединения молибдена с роданид-ионами и пять капель в избыток. Через 5 мин после образования устойчивой желто-зеленой окраски доливают раствором соляной кислоты 1 : 1 до метки и перемешивают.

2.3.2. Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин, но не позднее чем через 30 мин при длине волны 400 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по п. 2.3.1 со всеми используемыми в анализе реактивами.

2.3.3. Массовую долю вольфрама вычисляют по градуировочному графику.

2.3.4. Построение градуировочного графика

В семь конических колб вместимостью по 250 см<sup>3</sup> помещают навески титана массой по 0,25 г. В шесть из них отмеряют 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора вольфрама, что со-