



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
12349 —
202_
(Проект,
первая редакция)

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И
ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**
Методы определения вольфрама

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 120 «Чугун, сталь, прокат»

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от _____ № _____)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 ВЗАМЕН ГОСТ 12349-83

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случаях пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

Содержание

1 Область применения.....	
2 Нормативные ссылки.....	
3 Термины и определения.....	
4 Обозначения и сокращения	
5 Общие требования	
6 Экстракционно-фотометрический метод определения вольфрама (0,002 % – 0,5 %)	
7 Фотометрический метод определения вольфрама	
7.1 Определение вольфрама в сталях (сплавах) при массовой доле от 0,10 % до 6,0 %	
7.2 Определение вольфрама в сталях (сплавах) при массовой доле от 0,30 % до 18,0 %	
8 Гравиметрический метод	
9 Контроль стабильности градуировочных характеристик.....	
10 Выполнение измерений, контроль приемлемости результатов измерений.....	
11 Контроль качества результатов измерений	
12 Оформление результатов измерений	
13 Контроль приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.....	
14 Требования к квалификации персонала	
15 Требования к безопасности	
Приложение А (обязательное) Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и нормативы контроля	

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения вольфрама

Alloyed and stainless steels and alloys. Methods of tungsten determination

Дата введения — 202 — —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы для определения массовой доли вольфрама в легированных и нержавеющей сталях и сплавах:

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 метод — при массовой доле вольфрама от 3,0 % до 20,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004¹⁾ Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

¹⁾ Применение ГОСТ 12.0.004-2015 в Российской Федерации прекращено до 1 сентября 2026 г. Пользоваться постановлением Правительства Российской Федерации от 24 декабря 2021 г. N 2464 «О порядке обучения по охране труда и проверки знания требований охраны труда».

- ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 860 Олово. Технические условия
- ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия
- ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4139 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия
- ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4208 Реактивы. Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия
- ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4221 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 4223 Реактивы. Калий сернокислый кислый. Технические условия
- ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4332 Реактивы. Калий углекислый – натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
- ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
- ГОСТ 5859 1, 5-Дифенилкарбазид. Технические условия
- ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия
- ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия
- ГОСТ 9336 Реактивы. Аммоний ванадиево-кислый мета. Технические условия
- ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 11293 Желатин. Технические условия
- ГОСТ 13610 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия
- ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 16099 Ниобий в слитках. Технические условия
- ГОСТ 16100 Ниобий в штабиках. Технические условия
- ГОСТ 17746 Титан губчатый. Технические условия.

ГОСТ 18289 Реактивы. Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 19627 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20478 Реактивы. Аммоний надсерноокислый. Технические условия

ГОСТ 22867 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 28473 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 34951 Сталь. Определение и классификация по химическому составу и классам качества

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины по ГОСТ 34951, РМГ 29 [1], РМГ 61 [2], РМГ 91 [3], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 аликвотная часть (раствора): Объем раствора, номинально необходимый для проведения анализа по конкретной методике, кратный объему раствора, подготовленного для анализа.

3.2 навеска (стали/сплава): Часть пробы стали (сплава) установленной массы, которая используется для единичного измерения.

3.3 склянка: стеклянная посуда для лаборатории, представляющая собой стеклянный плоскодонный цилиндрический сосуд определенного объёма, из тёмного или светлого стекла, с узким либо широким горлом, а также пробкой.

3.4 стандартный образец материала (вещества): Материал (вещество), одно или несколько свойств которого установлены метрологически обоснованными процедурами, к которому приложен документ, выданный уполномоченным органом, содержащий значения этих свойств с указанием характеристик погрешностей (неопределённостей) и утверждение о прослеживаемости.

3.5 государственный стандартный образец; ГСО: Стандартный образец материала (вещества), признанный федеральным органом исполнительной власти Российской Федерации, осуществляющим функции в сфере технического регулирования и метрологии.

3.6 стандартный образец предприятия; СОП: Стандартный образец материала (вещества), признанный руководством предприятия.

3.7 градуировочная характеристика: Функциональная зависимость аналитического сигнала от содержания элемента, выраженная в виде формулы, графика или таблицы.

3.8 характеристика погрешности результатов анализа: Граница интервала, в котором погрешность измерений находится с доверительной вероятностью 0,95.

3.9 неопределённость измерений: Параметр, связанный с результатом измерений и характеризующий рассеяние значений, которые можно приписать измеримой величине.

3.10 расширенная неопределённость: Величина, определяемая интервалом вокруг математического ожидания результатов измерений, охватывающим большую долю распределения значений, которые обоснованно могут быть приписаны измеряемой величине.

3.11 повторяемость (сходимость): Прецизионность в условиях, при которых результаты измерений получены одним методом, с использованием одного оборудования, на одной поверхности пробы, в одной лаборатории, одним и тем же оператором и практически одновременно.

3.12 внутрилабораторная прецизионность: Прецизионность в условиях, при которых результаты измерений получают при вариации всех факторов, формирующих разброс результатов при применении методики в конкретной лаборатории.

3.13 воспроизводимость: Прецизионность в условиях, при которых результаты

измерений получены одним методом на идентичных объектах испытаний в различных лабораториях.

3.14 предел повторяемости (сходимости): Допускаемое для принятой вероятности $P = 0,95$ расхождение между наибольшим и наименьшим из результатов двух единичных измерений, полученных в условиях повторяемости.

3.15 критический диапазон: Допускаемое для принятой вероятности $P = 0,95$ расхождение между результатами n единичных измерений, полученных в условиях повторяемости.

3.16 предел внутрилабораторной прецизионности: Допускаемое для принятой вероятности $P = 0,95$ расхождение между двумя результатами измерений, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности.

3.17 предел воспроизводимости: Допускаемое для принятой вероятности $P = 0,95$ расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях воспроизводимости.

3.18 норматив контроля: Числовое значение, являющееся критерием для признания контролируемого показателя качества результатов измерения соответствующим (или не соответствующим) установленным требованиям

4 Обозначения и сокращения

В настоящем стандарте применены следующие обозначения и сокращения:

V – степень окисления химического элемента;

ГСО – государственный стандартный образец;

СОП – стандартный образец предприятия;

m – масса;

C – значение массовой доли химического элемента;

C_0 – значение массовой доли химического элемента в СО (пробе), полученное при построении градуировочной характеристики;

r – предел повторяемости (сходимости) результатов измерений для двух параллельных определений;

$CR_{0,95}$ – критический диапазон результатов измерений для трех параллельных определений;

$\delta_{ст}$ – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики;

K_T – норматив контроля правильности результатов измерений;

R_L – предел внутрилабораторной прецизионности;

R – предел воспроизводимости;

Δ – характеристика погрешности результата анализа, $P = 0,95$;

u – неопределенность результата измерения;

U – расширенная неопределенность результата измерений.

5 Общие требования

Общие требования к методам анализа – в соответствии с ГОСТ 28473 со следующим дополнением.

Весы лабораторные должны соответствовать ГОСТ 24104 или любые другие весы, отвечающие требованиям ГОСТ 24104 по своим точностным характеристикам¹⁾.

Все реактивы должны иметь квалификацию о.с.ч, х.ч. или ч.д.а.

6 Экстракционно-фотометрический метод определения вольфрама (0,002 % – 0,5 %)

6.1 Сущность метода

Метод основан на образовании ионного ассоциата роданидного комплекса вольфрама (V) с триметилцетиламмонием (или с цетилпиридином), 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

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная в соотношении 1:1;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная в соотношении 1:1 и 2:1;

¹⁾ В Российской Федерации допускается применять весы II класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования».

- кислота азотная по ГОСТ 4461;
- кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552;
- олово двухлористое 2-водное по [4], раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³, приготовленный в соответствии с 6.3.1;
- титан трехлористый по [5], раствор приготовленный в соответствии с 6.3.2;
- титан губчатый по ГОСТ 17746;
- цинк гранулированный;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 440 г/дм³;
- ниобий металлический по ГОСТ 16099 или ГОСТ 16100, раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см³, приготовленный в соответствии с 6.3.3;
- натрий вольфрамвокислый по ГОСТ 18289;
- хлороформ технический по ГОСТ 20015;
- триметилцетиламмоний бромистый, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³, или N-цетилпиридиний хлористый, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³, приготовленные в соответствии с 6.3.4 и 6.3.5 соответственно;
- гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627, раствор в хлороформе с массовой концентрацией 0,65 г/дм³, приготовленный в соответствии с 6.3.6;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962;
- калий фтористый кислый (бифторид);
- железо карбонильное радиотехническое марки Пс по ГОСТ 13610;
- калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³;
- калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332;
- стандартные растворы А, Б и В, приготовленные в соответствии с 6.3.7;
- сухой фильтр средней плотности;
- посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336;
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770;
- пипетки по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- вода дистиллированная¹⁾.

6.3 Подготовка к выполнению измерений

6.3.1 Раствор олова двухлористого 2-водного с массовой концентрацией 100 г/дм³

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144- 2018 «Вода дистиллированная. Технические условия»

Для приготовления раствора: 10 г двуххлористого олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты при слабом нагревании.

6.3.2 Раствор титана треххлористого

6.3.2.1 Для приготовления раствора перед применением: 5 см³ раствора титана треххлористого смешивают с 45 см³ соляной кислоты, разбавленной в соотношении 2:1, прибавляют 2 гранулы металлического цинка до просветления фиолетового окрашивания раствора.

6.3.2.2 Для приготовления раствора для хранения: 0,5 г металлического титана растворяют в 20 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают и сохраняют в склянке из темного стекла с притертой пробкой. Перед употреблением раствор разбавляют в соотношении 1:5 соляной кислотой и добавляют 2 гранулы металлического цинка до просветления фиолетового окрашивания раствора.

6.3.3 Раствор ниобия с массовой концентрацией 0,001 г/см³

Для приготовления раствора: 0,25 г ниобия сплавляют с 2–3 г калия углекислого – натрия углекислого при температуре 1000 °С. Тигель с плавом помещают в стакан, плавы выщелачивают в воде при нагревании. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

6.3.4 Раствор триметилцетиламмония бромистого с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³

Для приготовления раствора: 0,369 г триметилцетиламмония растворяют в 100 см³ воды при слабом нагревании.

6.3.5 Раствор N-цетилпиридиния хлористого с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³

Для приготовления раствора: 0,339 г цетилпиридиния растворяют в 100 см³ воды без нагревания.

6.3.6 Раствор гидрохинона (парадиоксибензола) в хлороформе с массовой концентрацией 0,65 г/дм³

Для приготовления раствора: 0,65 г гидрохинона растворяют при перемешивании в 80 см³ этилового спирта, прибавляют 920 см³ хлороформа и перемешивают.

6.3.7 Стандартные растворы вольфрама

6.3.7.1 Приготовление раствора А: 1,7942 г вольфрамовокислого 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.

Массовую концентрацию вольфрама в растворе А проверяют в соответствии с 8.

Раствор А хранят в посуде из полиэтилена.

6.3.7.2 Приготовление раствора 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 Б готовят перед применением и хранят в посуде из полиэтилена

6.3.7.3 Приготовление раствора 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.

Раствор В готовят перед применением и хранят в посуде из полиэтилена.

6.4 Выполнение измерений

6.4.1 Приготовление аликвотной части раствора

6.4.1.1 Отбирают дробную навеску стали (сплава) массой, в зависимости от массовой доли вольфрама, в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Массовая доля вольфрама, %	Масса навески стали (сплава), г	Аликвотная часть раствора, см ³
От 0,002 до 0,005	1	Вся навеска
» 0,005 » 0,010	0,5	Вся навеска
» 0,010 » 0,050	1	10
» 0,050 » 0,10	0,5	10
» 0,10 » 0,20	0,5	5
» 0,20 » 0,50 включ.	0,3	5

6.4.1.2 Дробную навеску стали (сплава) помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты, 1 см³ азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески.

Приливают 10 см³ разбавленной серной кислоты, 5 см³ ортофосфорной кислоты и дважды выпаривают до паров серной кислоты, охлаждают при температуре от 10 °С до 35 °С, соли растворяют в 15–20 см³ воды.

В случае определения массовой доли вольфрама в диапазоне от 0,01 % до 0,5 % (по таблице 1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности.

6.4.1.3 Аликвотную часть раствора, отобранную в соответствии с таблицей 1, по-

мещают в стакан вместимостью 100 см³ или 250 см³ и разбавляют водой приблизительно до объема 20 см³.

Затем в раствор аликвотной части или в весь раствор пробы добавляют 12 см³ соляной кислоты (для получения кислотности по соляной кислоте 8 моль/дм³), 15 см³ раствора двухлористого олова и 10 см³ раствора треххлористого титана.

6.4.1.4 Полученный раствор кипятят в течение 5 мин, охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 100–200 см³, обмывая стенки стакана 10 см³ разбавленной соляной кислоты (в соотношении 1:1).

К раствору в делительной воронке прибавляют 1 см³ раствора триметилдетилламмония бромистого (или цетилпиридиния хлористого) и 2 см³ раствора роданистого калия.

Экстрагируют ионный ассоциат в течение 1 мин, прибавляя 25,0 см³ хлороформа, содержащего гидрохинон.

6.4.1.5 Экстракт фильтруют через слой ваты в кювету и измеряют оптическую плотность экстракта на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 390 до 420 нм, используя в качестве раствора сравнения хлороформ, содержащий гидрохинон.

6.4.1.6 Если образец стали (сплава) содержит ниобий, экстракт сливают в полиэтиленовый сосуд, прибавляют 1 г бифторида калия и встряхивают в течение 30 с. Экстракт фильтруют через вату и измеряют оптическую плотность, как указано в 6.4.1.5.

6.4.1.7 Одновременно с проведением анализа, в тех же условиях, проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

6.4.1.8 В зависимости от массовой доли вольфрама отбирают равные аликвотные части анализируемой пробы и контрольного опыта, указанные в таблице 1.

Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности анализируемого раствора.

Массу вольфрама в миллиграммах находят по градуировочному графику, построенному в соответствии с 6.4.2.

6.4.2 Построение градуировочного графика

6.4.2.1 Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 250 см³ помещают навеску карбонильного железа 0,5 г и прибавляют:

- 1,0; 2,0; 5,0; 8,0 см³ раствора В вольфрама – при массовой доле вольфрама менее 0,01 % или

- 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 см³ раствора Б вольфрама – при массовой доле вольфрама 0,01–0,5 %,

приливают раствор ниобия, если он присутствует в пробе в количестве, соответствующем его массе в навесках проб. Далее поступают, как описано в 6.4.1.

При построении градуировочного графика аликвотная часть раствора соответствует 10 см³.

6.4.2.2 В качестве раствора сравнения применяют хлороформ, содержащий гидрохинон.

6.4.2.3 Градуировочный график строят по найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам вольфрама.

6.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю вольфрама X , в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m – масса навески стали (сплава), соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, г;

m_1 – масса вольфрама, определенная по градуировочному графику, г.

7 Фотометрический метод определения вольфрама

7.1 Определение вольфрама в сталях (сплавах) при массовой доле от 0,10 % до 6,0 %

7.1.1 Сущность метода

Метод основан на образовании в солянокислой среде окрашенного в зелено-желтый цвет комплексного соединения пентавалентного вольфрама с роданистым аммонием в присутствии восстановителя треххлористого титана и измерении оптической плотности раствора на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 390 до 420 нм.

Железо, хром и никель предварительно отделяют гидроксидом натрия.

Метод применим для сталей (сплавов), содержащих молибден и ванадий не более 10-кратных количеств по отношению к вольфраму.

7.1.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 и разбавленная в соотношении 2:1 и 1:100;
- кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125;
- кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262;
- кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552;
- смесь серной и ортофосфорной кислот, приготовленная в соответствии с 7.1.3.1;
- двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208;
- гидроксид натрия по ГОСТ 4328, растворы с массовой концентрацией 40 г/дм³, 200 г/дм³;
- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, растворы с массовой концентрацией 200 г/дм³, 500 г/дм³;
- титан треххлористый по [5], раствор приготовленный в соответствии с 6.3.2;
- цинк гранулированный;
- натрий вольфрамвокислый по ГОСТ 18289, стандартный раствор, приготовленный в соответствии с 7.1.3.2;
- аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой концентрацией молибдена 0,001 г/дм³, приготовленный в соответствии с 7.1.3.3;
- аммоний ванадиевокислый (мета) по ГОСТ 9336, раствор с массовой концентрацией ванадия 0,001 г/см³, приготовленный в соответствии с 7.1.3.4;
- сухой фильтр «белая лента»;
- посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336;
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770;
- пипетки по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- вода дистиллированная¹⁾.

7.1.3 Подготовка к выполнению измерений

7.1.3.1 Смесь серной и ортофосфорной кислот

Для приготовления смеси: к 600 см³ воды осторожно при перемешивании приливают 150 см³ серной кислоты и затем 150 см³ фосфорной кислоты. Охлаждают, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144- 2018 «Вода дистиллированная. Технические условия»

7.1.3.2 Стандартный раствор натрия вольфрамОВОКислоГО

Для приготовления раствора: 1,7942 г вольфрамОВОКислоГО натрия растворяют в 100 см³ раствора гидроОКиси натрия с массовой концентрацией 20 г/дм³. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки раствором гидроОКиси натрия с массовой концентрацией 20 г/дм³, перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе равна 0,001 г/дм³.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

7.1.3.3 Раствор аммония молибденоВОВОКислоГО с массовой концентрацией молибдена 0,001 г/дм³

Для приготовления раствора: 1,8402 г аммония молибденоВОВОКислоГО помещают в стакан и растворяют в воде при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

7.1.3.4 Раствор аммония ванадиеВОВОКислоГО (мета) с массовой концентрацией ванадия 0,001 г/см³

Для приготовления раствора: 2,296 г аммония ванадиеВОВОКислоГО растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты (в соотношении 1:4), разбавляют водой до 1 дм³, перемешивают.

7.1.4 Выполнение измерений

7.1.4.1 Приготовление аликвотной части раствора

7.1.4.1.1 Для определения массовой доли вольфрама отбирают навески стали (сплава):

1 г — при массовой доле вольфрама от 0,1 % до 1,0 %;

0,5 г — при массовой доле вольфрама от 1,0 % до 3,0 %;

0,25 г — при массовой доле вольфрама от 3,0 % до 6,0 %

7.1.4.1.2 Навеску стали (сплава) помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, 10 см³ азотной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до растворения навески.

После растворения навески содержимое стакана охлаждают, приливают 30 см³ смеси кислот и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Стенки стакана осторожно обмывают водой и снова выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. После охлаждения раствор осторожно разбавляют водой до объема 100 см³ и нагревают до растворения осадка солей.

При анализе сталей (сплавов), содержащих ванадий, к раствору добавляют 1–2 г соли Мора.

7.1.4.1.3 К полученному раствору приливают 90 см³ 20 %-ного раствора гидроксида натрия, содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Через 20–30 мин часть раствора отфильтровывают через два сухих фильтра «белая лента». Первые порции фильтрата отбрасывают.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают аликвотную часть полученного фильтрата, равную 20 см³ (при массовой доле вольфрама от 0,1 % до 0,5 %) и 10 см³ (при массовой доле вольфрама свыше 0,5 % до 6,0 %), приливают 15 см³ 4 %-ного раствора гидроксида натрия, 2 см³ 50 %-ного раствора роданистого аммония, 45 см³ соляной кислоты (разбавленной в соотношении 2:1), перемешивают и охлаждают до температуры от 14 °С до 17 °С.

7.1.4.1.4 К содержимому колбы добавляют 12–15 капель раствора треххлористого титана порциями по 4–5 капель, тщательно перемешивая раствор после каждого прибавления реактива.

При анализе сталей (сплавов), содержащих молибден, раствор треххлористого титана добавляют порциями по 4–5 капель через 0,5–1 мин до исчезновения окраски комплексного соединения молибдена с роданид-ионом и добавляют 5 капель в избыток.

Колбу с раствором оставляют на 10 мин до образования устойчивой желтозеленой окраски, затем доливают до метки раствор соляной кислотой (разбавленной в соотношении 2:1), перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 390 до 420 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

7.1.4.1.5 После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы находят массу вольфрама по градуировочному графику.

7.1.4.2 Построение градуировочного графика

7.1.4.2.1 Построение градуировочного графика при массовой доле вольфрама от 0,1 % до 0,5 %

В шесть стаканов вместимостью 300 см³ каждый помещают по 1 г карбонильного

(электролитического) железа или низкоуглеродистой стали, не содержащих вольфрама.

В пять стаканов приливают последовательно 1; 2; 3; 4; 5 см³ стандартного раствора вольфрама.

При анализе сталей, содержащих молибден и ванадий, во все шесть стаканов прибавляют их раствор с массовой концентрацией молибдена или ванадия по 0,001 г/см³ в количествах, соответствующих массовой доле в анализируемом образце.

Затем приливают по 30 см³ соляной кислоты, по 10 см³ азотной кислоты, накрывают стаканы часовым стеклом и нагревают до растворения навески.

Содержимое стаканов охлаждают, приливают по 30 см³ смеси кислот и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Стенки стаканов осторожно обмывают водой и снова выпаривают растворы до выделения паров серной кислоты.

После охлаждения растворы осторожно разбавляют водой до объема 100 см³ и нагревают до растворения осадка солей и далее поступают, как описано в 7.1.4.1.

В качестве раствора сравнения используют раствор карбонильного (электролитического) железа без добавления стандартного раствора вольфрама (навеска в шестом стакане).

7.1.4.2.2 Построение градуировочного графика при массовой доле вольфрама от 1,0 % до 3,0 %

В семь стаканов вместимостью 300 см³ каждый помещают по 0,5 г карбонильного (электролитического) железа или низкоуглеродистой стали, не содержащих вольфрама.

В шесть стаканов приливают последовательно 5; 7; 9; 11; 13; 15 см³ стандартного раствора вольфрама. Затем приливают в семь стаканов по 30 см³ смеси кислот и далее поступают, как описано в 7.1.4.1.

7.1.4.2.3 По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам вольфрама строят градуировочный график.

7.1.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю марганца X , в процентах, вычисляют в соответствии 6.5.

7.2 Определение вольфрама в сталях (сплавах) при массовой доле от 0,30 % до 18,0 %

7.2.1 Сущность метода

Метод основан на образовании в солянокислой среде окрашенного в зелено-вато-желтый цвет комплексного соединения пентавалентного вольфрама с роданистым аммонием в присутствии восстановителей – двухлористого олова и трехвалентного титана в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 4-6 моль/дм³ и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 400-410 нм.

Вольфрам определяют на фоне сопутствующих элементов.

Влияние молибдена и ванадия компенсируется введением их в раствор градуировочного графика, в варианте дифференциальной фотометрии – введением их в раствор сравнения.

7.2.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная в соотношении 2:1;
- кислота азотная по ГОСТ 4461;
- кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная в соотношении 1:1 и 1:9;
- гидроокись натрия по ГОСТ 4328, растворы с массовой концентрацией 40 г/дм³, 200 г/дм³, 440 г/дм³;
- калий-натрий виннокислый 4-водный (сегнетовая соль) по ГОСТ 5845, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³;
- олово двухлористое 2-водное по [4], раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³, приготовленный в соответствии с 7.2.3.1;
- олово гранулированное по ГОСТ 860;
- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм³, свежеприготовленный;
- титан треххлористый по [5], раствор приготовленный в соответствии с 7.2.3.2;
- железо карбонильное радиотехническое марки Пс по ГОСТ 13610;
- натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289;

- стандартный раствор вольфрама с массовой концентрацией 0,001 г/см³, приготовленный в соответствии с 7.1.3.2;
- аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой концентрацией молибдена 0,001 г/дм³, приготовленный в соответствии с 7.1.3.3;
- аммоний ванадиевокислый (мета) по ГОСТ 9336, раствор с массовой концентрацией ванадия 0,001 г/см³, приготовленный в соответствии с 7.2.3.3;
- посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336;
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770;
- пипетки по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- вода дистиллированная¹⁾.

7.2.3 Подготовка к выполнению измерений

7.2.3.1 Раствор олова двухлористого 2-водного с массовой концентрацией 250 г/дм³

Для приготовления раствора: 250 г двухлористого олова растворяют в 200 см³ соляной кислоты, разбавляют до 1 дм³ водой, перемешивают. Раствор фильтруют и прибавляют 2–3 гранулы олова металлического.

7.2.3.2 Раствор титана трехлористого

Для приготовления раствора: 1 часть раствора трехлористого титана разбавляют 75 частями серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:9. Раствор готовят перед употреблением.

7.2.3.3 Раствор аммония ванадиевокислого (мета) с массовой концентрацией ванадия 0,001 г/см³

Для приготовления раствора: 2,3 г аммония ванадиевокислого растворяют в 50 см³ воды, добавляют 150 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и перемешивают.

7.2.4 Выполнение измерений

7.2.4.1 Вариант спектрофотометрии при массовой доле вольфрама от 0,30 % до 10,0 %

7.2.4.1.1 Отбирают дробную навеску стали (сплава) массой, в зависимости от массовой доли вольфрама, в соответствии с таблицей 2.

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144- 2018 «Вода дистиллированная. Технические условия»

Таблица 2

Массовая доля вольфрама, %	Масса навески стали (сплава), г	Аликвотная часть, см ³
От 0,30 до 1,0 включ.	1	10
Св. 1,0 » 3,0 включ.	0,5	5
» 3,0 » 6,0 включ.	0,25	5
» 6,0 » 10,0 включ.	0,25	2

7.2.4.1.2 Дробную навеску стали (сплава) помещают в стакан, прибавляют 30 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1 и кипятят до полного растворения навески, затем прибавляют 20 см³ серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и выпаривают до паров серной кислоты. После охлаждения полученного раствора соли растворяют в 50 см³ воды при нагревании.

К охлажденному раствору прибавляют раствор гидроокиси натрия (концентрации 200 г/дм³) до выпадения осадка гидроксида железа и 10 см³ в избыток, прибавляют 20 см³ раствора калия-натрия виннокислого и 25 см³ серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1.

Раствор тщательно перемешивают после добавления каждого реактива.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

7.2.4.1.3 Аликвотную часть раствора, отобранную в соответствии с таблицей 3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора двухлористого олова. Через 2 мин прибавляют 15 см³ раствора гидроокиси натрия (концентрации 40 г/дм³), 45 см³ соляной кислоты, разбавленной в соотношении 2:1, 2 см³ раствора роданистого аммония и 2 см³ раствора треххлористого титана, через 5 мин разбавляют водой до метки и перемешивают.

7.2.4.1.4 Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре в области длин волн 390–420 нм или на спектрофотометре при длине волны 400–410 нм.

В качестве раствора сравнения используют алиquotную часть раствора, содержащую все реактивы, кроме роданистого аммония и треххлористого титана.

7.2.4.1.5 Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности анализируемого раствора.

7.2.4.1.6 Для построения градуировочного графика в стаканы помещают навеску

карбонильного железа, растворы ванадия и молибдена в количестве, соответствующем их массе в навеске анализируемого образца, стандартный раствор вольфрама в возрастающих количествах с таким расчетом, чтобы масса вольфрама в испытуемой пробе была в середине графика, приливают 30 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1 и далее поступают, как описано в 7.2.4.1.

7.2.4.2 Вариант дифференциальной фотометрии при массовой доле вольфрама от 10,0 % до 18,0 %

7.2.4.2.1 Навеску стали массой 0,5 г помещают в стакан, прибавляют 30 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1 и далее поступают, как описано в 7.2.4.1.

7.2.4.2.2 Аликвотную часть раствора объемом 5 см³, содержащую 1100–2000 мкг вольфрама, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ раствора двухлористого олова. Через 2 мин прибавляют 15 см³ раствора гидроокиси натрия (концентрации 40 г/дм³), 45 см³ соляной кислоты, разбавленной в соотношении 2:1, 2 см³ раствора роданистого аммония и 2 см³ раствора треххлористого титана, через 5 мин разбавляют водой до метки и перемешивают.

7.2.4.2.3 Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 10–30 мм в области волн 390–420 нм относительно раствора сравнения.

7.2.4.2.4 Для приготовления раствора сравнения в стакан помещают навеску карбонильного железа, растворы ванадия и молибдена в количествах, соответствующих их массе в навеске анализируемого образца, 40–50 см³ стандартного раствора вольфрама с массовой концентрацией 0,001 г/см³, прибавляют 30 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1 и далее поступают, как описано в 7.2.4.1.

7.2.4.2.5 Для построения градуировочного графика к аликвотной части раствора сравнения прибавляют стандартный раствор вольфрама с массовой концентрацией 0,0001 г/см³ в возрастающих количествах с таким расчетом, чтобы масса вольфрама в испытуемой пробе была в середине графика, прибавляют 2 см³ раствора двухлористого олова, через 2 мин прибавляют 15 см³ раствора гидроокиси натрия (концентрации 40 г/дм³), 45 см³ соляной кислоты, разбавленной в соотношении 2:1, 2 см³ раствора роданистого аммония и 2 см³ треххлористого титана. Через 5 мин разбавляют до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин относительно раствора сравнения.

7.2.4.3 Градуировочный график строят по найденным значениям оптической плотности и соответствующим значениям массы вольфрама в стандартных растворах, добавленных к аликвотной части раствора сравнения.

7.2.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю вольфрама X , в процентах, вычисляют:

- для диапазона определяемой массовой доли от 0,30 % до 10,0 % – как указано в 6.5.1.

- в варианте дифференциальной спектрофотометрии – по формуле 2

$$X = \frac{m_s \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где m – масса навески стали (сплава), соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, г;

m_s – сумма массы вольфрама, определенная по градуировочному графику, и массы, введенной в раствор сравнения, г.

8 Гравиметрический метод определения ванадия

8.1 Сущность метода

Метод основан на гидролитическом осаждении вольфрамовой кислоты в присутствии желатина и гравиметрическом определении в виде триоксида вольфрама с введением поправок на содержание вольфрама в фильтрате от вольфрамовой кислоты, определяемого фотометрическим методом, и поправок на содержание примесей: Fe_2O_3 ; TiO_2 ; Cr_2O_3 ; MoO_3 ; V_2O_5 ; Ta_2O_5 ; Nb_2O_5 в триоксида вольфрама.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261, разбавленная в соотношении 1:1, 1:10 и раствор с молярной концентрацией 3 моль/дм³;
- кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125, разбавленная в соотношении 1:1;
- кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262, разбавленная в соотношении 1:1, 1:3, 1:5 и 1:9;

- кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³;
- кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная в соотношении 1:1;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный в соотношении 1:3 и 1:1;
- желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³;
- натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³;
- калий кислый сернокислый по ГОСТ 4223;
- железо карбонильное радиотехническое марки Пс по ГОСТ 13610;
- стандартные растворы железа А, Б, приготовленные в соответствии с 8.3.1;
- гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³;
- 1,10-фенантролин, раствор с массовой концентрацией 1,5 г/дм³;
- кислота уксусная по ГОСТ 61;
- натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор, приготовленный в соответствии с 8.3.2;
- смесь реакционная, приготовленная в соответствии с 8.3.3;
- кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³;
- диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм³;
- титан по ГОСТ 19807;
- стандартные растворы титана А, Б, приготовленные в соответствии с 8.3.4;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³;
- аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³, свежеприготовленный;
- спирт этиловый по ГОСТ 5962;
- дифенилкарбазид по ГОСТ 5859, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ в этиловом спирте;
- калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220;
- стандартный раствор хрома, приготовленный в соответствии с 8.3.5;
- калий-натрий виннокислый 4-водный (сегнетова соль) по ГОСТ 5845;
- калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³;
- олово гранулированное по ГОСТ 860;
- олово двуххлористое 2-водное по [6], раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³, приготовленный в соответствии с 8.3.6;

- молибден металлический высокой чистоты по согласованной нормативной документации;
- стандартные растворы молибдена А и Б, приготовленные в соответствии с 8.3.7;
- натрий вольфрамвокислый 2-водный по ГОСТ 18289, раствор с массовой концентрацией 160 г/дм³;
- ванадия пятиокись;
- стандартные растворы ванадия А и Б, приготовленные в соответствии с 8.3.8;
- калий углекислый по ГОСТ 4221;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³, с добавкой 1 см³ аммиака на 1000 см³ раствора;
- фенолфталеин по [7], раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ в этиловом спирте;
- фильтр средней плотности;
- посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336;
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770;
- пипетки по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- вода дистиллированная¹⁾.

8.3 Подготовка к выполнению измерений

8.3.1 Стандартные растворы железа

8.3.1.1 Приготовление раствора А: 0,2500 г железа растворяют при умеренном нагревании в 10 см³ соляной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г железа.

8.3.1.2 Приготовление раствора Б: 25,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,000025 г железа.

8.3.2 Раствор натрия уксуснокислого 3-водного

Для приготовления раствора: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, добавляют 240 см³ уксусной кислоты, разбавляют водой до объема 1000 см³ и, в случае необходимости, фильтруют.

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144- 2018 «Вода дистиллированная. Технические условия»

8.3.3 Смесь реакционная

Для приготовления смеси: 1 часть раствора солянокислого гидроксилamina, 1 часть раствора 1,10-фенантролина смешивают с 3 частями раствора уксуснокислого натрия. Смесь готовят перед употреблением.

8.3.4 Стандартные растворы титана

8.3.4.1 Приготовление раствора А: 0,100 г титана растворяют при нагревании в 100 см³ раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:5). После растворения раствор окисляют, добавляя по каплям азотную кислоту и коротким кипячением удаляют окислы азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:5) и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г титана.

8.3.4.2 Приготовление раствора Б: 10,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:5) и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г титана.

8.3.5 Стандартный раствор хрома

Для приготовления раствора: 0,0566 г двуххромовокислого калия, предварительно высушенного при температуре 150 °С, растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,00002 г хрома.

8.3.6 Раствор олова двуххлористого 2-водного с массовой концентрацией 100 г/дм³

Для приготовления раствора: 100 г хлористого олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты и раствор разбавляют водой до объема 1000 см³. К приготовленному таким образом раствору прибавляют несколько гранул металлического олова.

8.3.7 Стандартные растворы молибдена

8.3.7.1 Приготовление раствора А: 0,500 г молибдена растворяют в 10 см³ раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и 10 см³ азотной кислоты. Раствор упаривают до выделения белых паров серной кислоты, после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г молибдена.

8.3.7.2 Приготовление раствора Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу

вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г молибдена.

8.3.8 Стандартные растворы ванадия

8.3.8.1 Приготовление раствора А: 0,4462 г пятиоксида ванадия растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:9) и 5 см³ азотной кислоты. Раствор упаривают до выделения белых паров серной кислоты, после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:9) и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г ванадия.

8.3.8.2 Приготовление раствора Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:9) и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г ванадия.

8.4 Выполнение измерений

8.4.1 Приготовление трехоксида вольфрама

8.4.1.1 Отбирают навеску стали (сплава) массой, в зависимости от массовой доли вольфрама, в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5

Массовая доля вольфрама, %	Масса навески стали (сплава), г
От 3,0 до 8,0	1
Св 8,0 » 20,0	0,5

8.4.1.2 Навеску стали (сплава) помещают в стакан вместимостью 600 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют в 50–70 см³ раствора соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) при температуре, близкой к точке кипения (90 °С), до прекращения выделения пузырьков водорода.

В случае труднорастворимой стали (сплава), во время растворения пробы прибавляют раствор соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1), доливая его в стакан до первоначального объема.

После окончания разложения пробы нагревание прекращают и раствор окисляют, добавляя по каплям раствор азотной кислоты до прекращения выделения окислов азота. Затем прибавляют избыток около 1 см³ раствора азотной кислоты.

Раствор нагревают до температуры (60–80) °С, периодически перемешивая его, до выделения желтого осадка вольфрамовой кислоты. Затем раствор разбавляют го-

рячей водой до объема около 150 см³, прибавляют 10 см³ раствора желатина, небольшое количество бумажной массы, изготовленной из фильтров, и нагревают раствор, периодически перемешивая, до температуры около 90 °С в течение 30 мин.

При массовой доле молибдена свыше 1 % раствор оставляют стоять 36 ч для полного выделения осадка вольфрамовой кислоты.

8.4.1.3 Раствор над осадком отфильтровывают через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество бумажной массы, осадок вольфрамовой кислоты в стакане промывают сначала 2–3 раза декантированием, затем промывают осадок на фильтре 10–12 раз водой.

8.4.1.4 Фильтр с осадком переносят во взвешенный платиновый тигель. Остаток вольфрамовой кислоты со стенок стакана оттирают куском фильтровальной бумаги, насыщенной раствором аммиака (в соотношении 1:3), присоединяют к осадку в тигле, сжигают и остаток в тигле прокаливают при температуре (800±50) °С.

По охлаждении прибавляют 1–2 капли раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и 1–3 см³ раствора фтористоводородной кислоты, выпаривают до суха, прокаливают при температуре (800±50) °С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают осадок трехокси вольфрама.

8.4.1.5 Фильтрат выпаривают до небольшого объема и далее поступают, как указано в 7.1.4.

8.4.1.6 При анализе сталей (сплавов), содержащих более 1 % молибдена и ванадия, для добора вольфрама, используют экстракционно-фотометрический метод в соответствии с 6.4.

8.4.1.7 Найденную массу вольфрама в граммах пересчитывают на трехокись вольфрама, умножая на 1,2619 и прибавляя к результату гравиметрического определения трехокси вольфрама.

8.4.2 Определение примесей Fe₂O₃; TiO₂; Cr₂O₃; MoO₃; V₂O₅; Ta₂O₅; Nb₂O₅ в осадке трехокси вольфрама

8.4.2.1 При анализе сталей(сплавов), не содержащих ниобия (Nb) и тантала (Ta), трехокись вольфрама в платиновом тигле сплавляют с 5 г безводного углекислого натрия.

Плав выщелачивают 100 см³ горячей воды и раствор с осадком фильтруют через фильтр средней плотности с бумажной массой.

Остаток на фильтре промывают сначала 5–8 раз раствором углекислого натрия и затем 2–3 раза водой. Осадок на фильтре применяют для определения Fe_2O_3 и TiO_2 , в фильтрате определяют Cr_2O_3 , MoO_3 и V_2O_5 .

8.4.2.1.1 Для определения Fe_2O_3 и TiO_2 фильтр с осадком сжигают в платиновом тигле и остаток сплавляют с 2 г кислого сернокислого калия. Плав растворяют в 20 см раствора соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

8.4.2.1.1 а) Для определения Fe_2O_3 аликвотную часть объемом от 10 до 20 см³ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до объема около 50 см³, нейтрализуют раствором аммиака (разбавленного в соотношении 1:1) по фенолфталеину и затем подкисляют 2 см³ раствора соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1). Прибавляют 25 см³ реакционной смеси, доливают водой до метки и перемешивают. По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Массу железа в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

Для построения графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ добавляют 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0 и 16,0 см стандартного раствора железа Б. Во все колбы добавляют воды до объема 50 см³ и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу Fe_2O_3 в граммах вычисляют по формуле

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{m_1 \cdot 1,430 \cdot m}{m_3}, \quad (3)$$

где m_1 – масса железа в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 – масса навески, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m – масса навески стали (сплава), г;

1,430 – коэффициент пересчета Fe на Fe_2O_3 .

8.4.2.1.1 б) Для определения TiO_2 в две мерные колбы вместимостью 50 см³ переносят по 20 см³ основного раствора, прибавляют 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и через 3 мин по 10 см³ 3 М раствора соляной кислоты.

Затем к одной из колб прибавляют 10 см³ раствора диантипирилметана.

После прибавления каждого из растворов содержимое колб перемешивают, доливают водой до метки и вновь перемешивают.

По истечении 60 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора при длине волны 395 нм.

Раствором сравнения служит часть основного раствора с добавлением всех реактивов, за исключением диантипирилметана.

Массу титана в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

Для построения графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 50 см³ добавляют по 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0 и 16,0 см³ стандартного раствора титана Б. Во все колбы добавляют воды до 20 см³, по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу TiO₂ в граммах вычисляют по формуле

$$\text{TiO}_2 = \frac{m_1 \cdot 1,668 \cdot m}{m_3}, \quad (4)$$

где m_1 – масса титана в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 – масса навески, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m – масса навески стали (сплава), г;

1,668 – коэффициент пересчета Ti на TiO₂.

8.4.2.1.2 Для определения Cr₂O₃, MoO₃ и V₂O₅ к фильтрату, полученному после выделения железа и титана, прибавляют раствор соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) до кислой реакции (контроль индикаторной бумажкой) и кипятят приблизительно 20 мин, затем разбавляют раствор 30–40 см³ горячей воды, кипятят еще 5 мин и фильтруют через фильтр средней плотности.

Фильтр с осадком вольфрамовой кислоты промывают раствором соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:10).

К фильтрату прибавляют 6 см раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и выпаривают до выделения белых паров серной кислоты. После охлаждения прибавляют 50 см³ воды, раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

Из полученного таким образом основного раствора отбирают аликвотные части для определения Cr_2O_3 , MoO_3 и V_2O_5 .

8.4.2.1.2 а) Для определения Cr_2O_3 из основного раствора переносят аликвотную часть объемом 25 см^3 в стакан вместимостью 100 см^3 , прибавляют 3 см^3 раствора азотнокислого серебра, 10 см^3 раствора надсернокислового аммония, нагревают до кипения и кипятят до полного разрушения избытка надсернокислового аммония.

После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , прибавляют 2 см^3 раствора дифенилкарбазида, доводят водой до метки и перемешивают. По истечении 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 520 нм .

Раствором сравнения служит вода.

Массу хрома в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

Для построения графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 50 см^3 добавляют $0,5$; $1,0$; $2,0$; $3,0$; $5,0$ и $7,0\text{ см}^3$ стандартного раствора хрома. Во все колбы добавляют по 1 см^3 раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении $1:3$), разбавляют водой до объема 20 см^3 и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу Cr_2O_3 в граммах вычисляют по формуле

$$\text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{m_1 \cdot 1,4614 \cdot m}{m_3}, \quad (5)$$

где m_1 – масса хрома в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 – масса навески, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m – масса навески стали (сплава), г;

$1,4614$ – коэффициент пересчета Cr на Cr_2O_3 .

8.4.2.1.2 б) Для определения MoO_3 из основного раствора переносят аликвотную часть объемом 25 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , прибавляют 2 г виннокислого калия-натрия, 10 см^3 раствора роданистого калия и перемешивают. Затем прибавляют 10 см^3 раствора хлористого олова, содержимое колбы доводят водой до метки и перемешивают.

По истечении 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 490 нм .

Раствором сравнения служит вода.

Массу молибдена в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

Для построения графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 50 см³ добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора молибдена Б. Во все колбы добавляют воды до 25 см³ и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу МоО₃ в граммах вычисляют по формуле

$$\text{МоО}_3 = \frac{m_1 \cdot 1,500 \cdot m}{m_3}, \quad (6)$$

где m_1 – масса молибдена в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 – масса навески, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m – масса навески стали (сплава), г;

1,500 – коэффициент пересчета Мо на МоО₃.

8.4.2.1.2 в) Для определения V₂O₅ из основного раствора переносят аликвотную часть объемом 75 см³ в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 5 см³ раствора фосфорной кислоты, 2 см³ раствора вольфрамОВОКИСЛОГО натрия и нагревают до кипения.

После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 365 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Массу ванадия в анализируемом растворе в граммах находят по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

Для построения графика в шесть из семи стаканов вместимостью по 200 см³ добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора ванадия Б. Во все стаканы добавляют воды до объема 75 см³, по 5 см³ раствора фосфорной кислоты и далее поступают вышеуказанным способом.

Массу V₂O₅ в граммах вычисляют по формуле

$$\text{V}_2\text{O}_5 = \frac{m_1 \cdot 1,785 \cdot m}{m_3}, \quad (7)$$

где m_1 – масса ванадия в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы, г;

m_3 – масса навески, соответствующая отобранной части основного раствора, г;

m – масса навески стали (сплава), г;

1,785 – коэффициент пересчета V на V_2O_5 .

8.4.2.2 При анализе сталей (сплавов), содержащих ниобий (Nb) и тантал (Ta), трехокись вольфрама сплавляют в платиновом тигле с 5 г безводного углекислого калия.

Плав выщелачивают 100 см³ горячей воды и раствор с осадком фильтруют через фильтр средней плотности с бумажной массой, собирая фильтрат в мерной колбе вместимостью 250 см³.

Фильтр с осадком промывают раствором углекислого калия и затем применяют его для определения Fe_2O_3 и TiO_2 по 8.4.2.1.

Фильтрат в мерной колбе доливают водой до метки, перемешивают и применяют для определения Nb_2O_5 , Ta_2O_5 , Cr_2O_3 , MoO_3 и V_2O_5 .

8.4.2.2.1 Для определения Nb_2O_5 и Ta_2O_5 из фильтрата переносят аликвотную часть объемом 100 см³ в стакан вместимостью 400 см³. Подкисляют азотной кислотой до кислой реакции (контроль индикаторной бумажкой), кипятят в течение недолгого времени и нейтрализуют аммиаком.

Затем осаждают ниобий и тантал прибавлением 15 см³ раствора аммиака (разбавленного в соотношении 1:3), вновь недолго кипятят и раствору с осадком дают стоять 30 мин при температуре около 80 °С.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и несколько раз промывают раствором азотнокислого аммония. Фильтр с осадком переносят во взвешенный платиновый тигель, сжигают, прокаливают и после охлаждения взвешивают $Nb_2O_5+Ta_2O_5$.

Массу $Nb_2O_5+Ta_2O_5$ в граммах вычисляют по формуле

$$Nb_2O_5+Ta_2O_5 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot m}{m_3}, \quad (8)$$

где m_1 – масса $Nb_2O_5+Ta_2O_5$ в анализируемой части раствора, г;

m_2 – масса $Nb_2O_5+Ta_2O_5$ в контрольном опыте, г;

m_3 – масса навески, соответствующая отобранной части основного раствора,

г;

m – масса навески стали (сплава), г

8.4.2.2.2 Для определения Cr_2O_3 , MoO_3 и V_2O_5 из фильтрата в мерной колбе отбирают аликвотную часть объемом 100 см³ и анализ проводят по 8.4.2.1.

8.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю вольфрама X , в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1 + m_2 - m_3) \cdot 0,7931 \cdot 100}{m_4}, \quad (9)$$

где m – масса трехокси вольфрама в анализируемом растворе, г;

m_1 – масса трехокси вольфрама в растворе контрольного опыта, г;

m_2 – масса трехокси вольфрама, определенная фотометрическим методом в фильтрате после отделения вольфрамовой кислоты, г;

m_3 – масса примесей ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{Nb}_2\text{O}_5 + \text{Ta}_2\text{O}_5 + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{MoO}_3 + \text{V}_2\text{O}_5$), г;

m_4 – масса навески стали (сплава), г;

0,7931 – коэффициент пересчета трехокси вольфрама на вольфрам.

9 Контроль стабильности градуировочных характеристик

9.1 Контроль стабильности градуировочных характеристик осуществляют не реже одного раза в смену для верхнего и нижнего пределов диапазона измерений с помощью СО или однородных проб.

Допускается проводить контроль только для верхнего (нижнего) предела или середины диапазона измерений.

Для СО (пробы) выполняют два измерения в условиях повторяемости и проверяют приемлемость полученных результатов измерений в соответствии с пунктом 10.2.

9.2 Если результаты признаны приемлемыми, вычисляют среднее арифметическое значение массовой доли химического элемента (вольфрама) C , в процентах, и разность ΔC по формуле:

$$\Delta C = C_0 - C, \quad (10)$$

где C_0 – значение массовой доли химического элемента в СО (пробе), полученное при построении градуировочной характеристики, %.

9.3 Если ΔC превышает допустимое значение $\delta_{СТ}$ в соответствии с Приложением А, таблица А.1, измерения повторяют. Если при повторных измерениях ΔC превышает допустимое значение, осуществляют восстановление градуировочной характеристики.

10 Выполнение измерений, контроль приемлемости результатов

10.1 Выполняют два измерения массовой доли вольфрама в пробе в условиях повторяемости.

10.2 Абсолютное расхождение полученных по 10.1 результатов измерений сравнивают с пределом повторяемости r в соответствии с Приложением А, таблица А.1.

Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает предела r ,

$$|C_1 - C_2| \leq r \quad (11)$$

результаты признают приемлемыми и в качестве окончательно приводимого результата принимают среднее арифметическое значение двух измерений.

10.3 Если условие (11) не выполняется, проводят еще одно измерение и вычисляют разность между максимальным $C_{\max}$ и минимальным $C_{\min}$ результатами измерений.

Полученное значение сравнивают с критическим диапазоном $CR_{0.95}$ в соответствии с Приложением А, таблица А.1.

Если абсолютное расхождение между результатами трех измерений не превышает предела $CR_{0.95}$, определенного по формуле (12),

$$|C_{\max} - C_{\min}| \leq CR_{0.95} \quad (12)$$

где $C_{\max}$ – максимальное значение трех измерений, %;

$C_{\min}$ – минимальное значение трех измерений, %;

то результаты признают приемлемыми и в качестве окончательно приводимого результата принимают среднее арифметическое значение трех измерений.

10.4 Если условие (12) не выполняется, результаты измерений располагают в ряд по возрастанию ($C_1 < C_2 < C_3$) и в качестве окончательного результата принимают значение второго наименьшего измерения (C_2) с последующим выяснением и устранением причин повышенного разброса результатов.

10.5 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение характеристики погрешности результата анализа $\Delta(U)$, приведенное в Приложении А, таблица А.1.

11 Контроль качества результатов измерений

11.1 Контроль правильности результатов анализа

11.1.1 Контроль правильности проводят по результатам воспроизведения аттестованных значений массовой доли химических элементов в ГСО или СОП. Норматив контроля правильности результатов K_T представлен в Приложении А, таблица А.1.

11.1.2 Число результатов при контроле правильности должно быть не менее 0,3 % общего числа определений за контролируемый период.

11.1.3 Правильность измерений считают удовлетворительной, если число расхождений результатов, превышающих допустимое значение K_T , составляет не более 5 % числа проконтролированных результатов.

11.2 Контроль внутрилабораторной прецизионности результатов измерений

11.2.1 С целью контроля внутрилабораторной прецизионности результатов измерений выполняют определение массовой доли вольфрама в проанализированных ранее пробах, изменяя влияющие факторы (разное время, разные операторы и т.д.).

11.2.2 Число повторных измерений должно быть не менее 0,3 % общего числа измерений за контролируемый период.

11.2.3 Внутрилабораторную прецизионность результатов измерений считают удовлетворительной, если число расхождений результатов первичного и повторного анализов, превышающих допустимое значение предела внутрилабораторной прецизионности R_L , приведенное в Приложении А, таблица А.1, составляет не более 5 % числа проконтролированных результатов.

11.3 При соблюдении условий разделов 10 и 11 характеристика погрешности (расширенная неопределенность) результата измерений не превысит значения $\Delta(U)$, приведенного в Приложении А, таблица А.1.

12 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют протоколом, записью в журнале или регистрируют на электронных носителях.

Совместно с результатом измерений представляют характеристику погрешности Δ (расширенную неопределенность U) и представляют в виде

$$\bar{C} \pm \Delta(U), \quad (11)$$

где $\bar{C}$ – результат измерения химического элемента в пробе, %;

$\Delta(U)$ – значение характеристики погрешности результата измерений (расширенная неопределенность), %.

Примечание – Вместо указания характеристики погрешности (расширенной неопределенности) допускается сопровождать результат ссылкой на настоящий стандарт.

13 Контроль приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Результаты, полученные в двух лабораториях, признают приемлемыми, если абсолютное расхождение между ними не превышает предела воспроизводимости R , приведенного в Приложении А, таблица А.1.

14 Требования к квалификации персонала

Выполнение измерений может производить оператор, владеющий техникой работы с химическими реактивами и на соответствующем приборе в зависимости от применяемого метода определения вольфрама.

15 Требования безопасности

При выполнении измерений следует соблюдать следующие требования безопасности:

- электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;
- организацию обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004;
- помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;
- требования инструкции по охране труда и промышленной безопасности, действующей в лаборатории.

Приложение А
(обязательное)

Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и нормативы контроля

Таблица А.1

В процентах

Массовая доля химического элемента C	Доверительные границы погрешности, $\pm\Delta$ ($P = 0,95$)	Предел повторяемости r ($P = 0,95$)	Критический диапазон для трех параллельных определений $CR_{0,95}$ ($P = 0,95$)	Предел воспроизводимости R ($P = 0,95$)	Норматив контроля стабильности градуировочной характеристики $\delta_{ст}$ ($P = 0,90$)	Норматив контроля правильности K_T ($P = 0,90$)	Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности R_L ($P = 0,95$)
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0013	0,0013	0,0016	0,0019	0,0011	0,0011	0,0016
Св. 0,005 » 0,010 »	0,0029	0,0029	0,0035	0,0042	0,0025	0,0025	0,0035
» 0,010 » 0,02 »	0,004	0,004	0,005	0,006	0,004	0,004	0,005
» 0,02 » 0,05 »	0,008	0,008	0,009	0,011	0,007	0,007	0,009
» 0,05 » 0,10 »	0,013	0,013	0,015	0,018	0,011	0,011	0,015
» 0,10 » 0,20 »	0,020	0,019	0,023	0,028	0,017	0,017	0,023
» 0,20 » 0,5 »	0,031	0,031	0,037	0,044	0,026	0,026	0,037
» 0,5 » 1,0 »	0,043	0,043	0,051	0,061	0,036	0,036	0,051
» 1,0 » 2,0 »	0,061	0,060	0,072	0,086	0,051	0,051	0,072
» 2,0 » 5,0 »	0,100	0,099	0,118	0,141	0,084	0,084	0,119
» 5,0 » 10,0 »	0,14	0,14	0,16	0,20	0,12	0,12	0,17
» 10,0 » 20,0 »	0,20	0,19	0,23	0,28	0,17	0,17	0,23

Библиография

- | | |
|--|--|
| [1] Рекомендации по
межгосударственной
стандартизации
РМГ 29–2013 | Государственная система обеспечения единства измерений.
Метрология. Основные термины и определения |
| [2] Рекомендации по
межгосударственной
стандартизации
РМГ 61–2010 | Государственная система обеспечения единства измерений.
Показатели точности, правильности, прецизионности методик
количественного химического анализа. Методы оценки |
| [3] Рекомендации по
межгосударственной
стандартизации
РМГ 91–2019 | Государственная система обеспечения единства измерений.
Использование понятий «погрешность измерения» и
«неопределенность измерений». Общие принципы |
| [4] Технические условия
ТУ 6–09–5384–88 | Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое), чистый для
анализа, чистый |
| [5] Технические условия
ТУ 6–09–01–756–89 | Титан (III) хлорид 15%-ный раствор в соляной кислоте (титан
трехлористый) чистый для анализа и чистый |
| [6] Технические условия
ТУ 6–09–5393–88 | Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое), чистый для
анализа, чистый |
| [7] Технические условия
ТУ 6–09–5360–88 | Фенолфталенин, индикатор чистый для анализа |

УДК 669.15–194:546.78:006.354

МКС 77.080.20

Ключевые слова: легированная сталь, нержавеющая сталь, сплав, массовая доля, вольфрам, фотометрический метод, экстракционно—фотометрический метод, гравиметрический метод

Заместитель директора НИЦ «Металтест»
ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»

К.А. Чудный

Директор ЦССМ
ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»

С.А. Горшков