



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

---

## ФЕРРОВОЛЬФРАМ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО  
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 14638.1-81—ГОСТ 14638.5-81;  
ГОСТ 14638.7—81  
(СТ СЭВ 2198-80—СТ СЭВ 2203-80)

Издание официальное

Цена 10 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

**РАЗРАБОТАН** Министерством черной металлургии СССР  
**ИСПОЛНИТЕЛИ**

В. Г. Мизин, В. Л. Зуева, П. Ф. Агафонов, Е. М. Поздняя

**ВНЕСЕН** Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии А. А. Кугушин

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3027

охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Медь сернистая по ГОСТ 4165—78, 2%-ный раствор.

Тюмоочевина по ГОСТ 6344—73, 5%-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, 50%-ный раствор.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, 2%-ный раствор.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, 2%-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, стандартные растворы.

Раствор А: 1,8402 г молибденовокислого аммония помещают в стакан и растворяют в воде при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой, перемешивают.

Массовая концентрация молибдена в растворе А равна 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 50 см<sup>3</sup> раствора А молибденовокислого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация молибдена в растворе Б равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 2%-ный раствор.

Метиловый оранжевый.

Натрий вольфрамвокислый по ГОСТ 18298—78, стандартный раствор: 1,7944 г вольфрамвокислого натрия растворяют в 300 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе вольфрамвокислого натрия равна 0,001 г/см<sup>3</sup>.

### 3.3. Проведение анализа

Навеску ферровольфрама массой 0,5 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 5—10 см<sup>3</sup> фтористоводородной и азотной кислот, прибавляя последнюю по каплям до полного растворения пробы. Прибавляют еще 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, раствор нагревают и выпаривают до появления солей.

Добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и повторяют выпаривание до появления солей. Затем добавляют еще 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 20 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают чашку до растворения солей, после чего переносят содержимое в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>.

Вольфрамовую кислоту, приставшую к стенкам чашки, растворяют несколькими каплями водного аммиака. Полученный раствор прибавляют к основному раствору в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>.

Затем обмывают чашку 2—3 раза горячей водой, собирая также промывные воды. Прибавляют в стакан 40 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и нагреванием выпаривают содержимое до выделения паров

хлорной кислоты в течение 10 мин. Охлаждают, обмывают стенки стакана водой и повторяют выпаривание до появления паров хлорной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин. После охлаждения прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 150 см<sup>3</sup> воды и кипятят 5 мин. Раствор разбавляют горячей водой до объема 300—400 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора цинхонина и кипятят 10 мин. Стакан с осадком оставляют при комнатной температуре 1—2 ч. Осадок отфильтровывают через плотный фильтр с фильтробумажной массой, промывают 3—5 раз холодным промывным раствором до полного удаления трехвалентного иона железа (отрицательная реакция с роданистым аммонием). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы. Вольфрамовую кислоту, приставшую к стенкам чашки, снимают количественно кусочком фильтра, смоченным предварительно раствором аммиака (1:3), и присоединяют к основному осадку в платиновом тигле.

Осадок вольфрамовой кислоты, помещенный в платиновый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают при температуре 700—800°C в течение 40—50 мин, охлаждают и взвешивают.

Определение примесей в осадке трехокси вольфрама производят по пп. 2.3.2 и 2.3.3.

#### 3.4. Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4) \cdot 0,7930 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса осадка трехокси вольфрама с примесями, г;  
 $m_2$  — масса осадка контрольного опыта на загрязнение реактивов, г;  
 $m_3$  — масса осадка примесей в трехокси вольфрама, г;  
 $m_4$  — масса трехокси молибдена, найденная в осадке трехокси вольфрама, г;  
 $m$  — масса навески, г;  
 0,7930 — коэффициент пересчета массы трехокси вольфрама на массу вольфрама,

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

---

**Изменение № 1 ГОСТ 14638.1—81 Ферровольфрам. Методы определения вольфрама**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.87 № 158

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Пункт 2.2. Заменить слова: «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 500 г/дм<sup>3</sup>» (3 раза); «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой

*(Продолжение см. с. 50)*

---

*(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.1—81)*

концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>» (3 раза); «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>» (8 раз); «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72»; заменить ссылки: ГОСТ 18298—79 на ГОСТ 18289—78, СТ СЭВ 222—75 на ГОСТ 27067—86.

Пункты 2.3.1, 2.3.2. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>», «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой кон-

*(Продолжение см. с. 51)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.1—81)*

центрацией 20 г/дм<sup>3</sup>» (2 раза), «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>» (2 раза).

Пункт 2.3.4. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.3.4.1. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.4.2 (кроме таблицы) изложить в новой редакции: «2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

Пункт 3.2. Заменить слова и ссылку: «57 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 570 г/дм<sup>3</sup>»; «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой

*(Продолжение см. с. 52)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.1—81)*

концентрацией 500 г/дм<sup>3</sup>» (3 раза); «12,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 125 г/дм<sup>3</sup>»; «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>»; «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>»; «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>» (4 раза); «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>», СТ СЭВ 222—75 на ГОСТ 27067—86.

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

(ИУС № 5 1987 г.)



## ФЕРРОВОЛЬФРАМ

Методы определения вольфрама

Ferrotungsten.

Methods for the determination of tungsten

ГОСТ  
14638.1—81  
(СТ СЭВ  
2198—80)Взамен  
ГОСТ 14638.1—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3027 срок действия установлен

с 01.01.1983 г.

до 01.01.1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает определение массовой доли вольфрама в диапазоне от 50 до 85 % гравиметрическими методами (азотнокислотным и хлорнокислотным с цинхонином) в ферровольфраме.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2198—80.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам 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.

## 2. АЗОТНОКИСЛОТНЫЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на гидролитическом выделении вольфрама в виде вольфрамовой кислоты из раствора азотной кислоты в присутствии азотнокислого аммония. Определение заканчивают прокаливанием вольфрамовой кислоты до трехоксида вольфрама с последующей проверкой осадка на чистоту.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1981

Остаточное количество вольфрама, не выделившееся в осадок в виде вольфрамовой кислоты, определяют фотометрическим методом с роданистым аммонием в присутствии треххлористого титана.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 2:1 и 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1, 1:50.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 50 %-ный раствор.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, 25, 2 и 1 %-ные растворы.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, 2 %-ный раствор, приготовленный на основе азотной кислоты, разбавленной 1:50.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, 50 %-ный раствор.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, 2 %-ный раствор.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, 2 %-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 25 и 2 %-ные растворы.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 5 %-ный свежеприготовленный раствор.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, 50 %-ный свежеприготовленный раствор.

Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75.

Титан треххлористый по ГОСТ 311—78: к 20 см<sup>3</sup> раствора треххлористого титана добавляют 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 30 см<sup>3</sup> воды, кипятят 2—3 мин и охлаждают. К приготовленному раствору добавляют 1—2 г гранулированного цинка, готовят перед применением.

2-нафтохинолин (нафтохинолин-бета), 2 %-ный раствор: 10 г реактива растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды и прибавляют по каплям серную кислоту, при перемешивании, до полного растворения бета-нафтохинолина. Раствор доливают водой до 500 см<sup>3</sup>, перемешивают, фильтруют и хранят в закрытой склянке.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании до 80°C. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см<sup>3</sup> этилового спирта, перемешивают и через 1 ч фильтруют осадок под вакуумом на фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера. Осадок промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе.

Аммоний молибденовокислый, стандартные растворы.

Раствор А: 1,8402 г молибденовокислого аммония помещают в стакан и при нагревании растворяют в воде. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Определяют массовую концентрацию стандартного раствора А молибденовокислого аммония: 100 см<sup>3</sup> стандартного раствора А молибденовокислого аммония помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 25 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония и разбавляют водой до объема 200 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают до кипения и приливают по каплям 25 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого свинца. Содержимое стакана кипятят, непрерывно перемешивая в течение 10—15 мин. Затем раствор с осадком оставляют стоять не менее чем на 12 ч, после чего осадок количественно переносят на плотный фильтр и промывают 8—10 раз горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают при температуре 450—500°C до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию молибденовокислого аммония (С) по молибдену, выраженную в г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m - m_1) \cdot 0,2614}{100},$$

где  $m$  — масса осадка молибденовокислого свинца, г;

$m_1$  — масса осадка контрольного опыта на загрязнение реактивов, г;

0,2614 — коэффициент пересчета молибденовокислого свинца на молибден;

100 — объем раствора молибденовокислого аммония, взятый для определения его массовой концентрации, см<sup>3</sup>.

Массовая концентрация молибдена в растворе А приблизительно равна 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация молибдена в растворе Б равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>.

Натрий вольфрамвокислый по ГОСТ 18298—79.

Натрий вольфрамвокислый, стандартные растворы.

Раствор А: 1,7944 г вольфрамвокислого натрия растворяют в 300 см<sup>3</sup> 2%-ного раствора гидроксида натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Определяют массовую концентрацию стандартного раствора А вольфрамвокислого натрия: 100 см<sup>3</sup> стандартного раствора А

вольфрамвокислого натрия помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и прибавляют соляную кислоту (1:1) до наступления кислой реакции по метиловому оранжевому. Затем к содержимому стакана приливают 15—20 см<sup>3</sup> раствора бета-нафтохинолина и оставляют стакан в теплом месте на 1 ч. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 5—6 раз соляной кислотой (1:100). Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый или платиновый тигель, высушивают, осторожно сжигают при температуре 400—500 °С и прокаливают при температуре 750—800 °С до постоянной массы. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию раствора вольфрамвокислого натрия (С) по вольфраму, выраженную в г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m - m_1) \cdot 0,7930}{100},$$

где  $m$  — масса осадка трехокси вольфрама, г;

$m_1$  — масса осадка контрольного опыта на загрязнение реактивов, г,

0,7930 — коэффициент пересчета трехокси вольфрама на вольфрам;

100 — аликвотная часть раствора вольфрамвокислого натрия, взятая для определения его массовой концентрации, см<sup>3</sup>.

Массовая концентрация вольфрама в растворе А приблизительно равна 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают 25%-ным раствором гидроксида натрия до метки и перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе Б приблизительно равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферровольфрама массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают несколькими каплями воды, приливают 5—10 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и еще в избыток 5 см<sup>3</sup>, затем чашку помещают на плиту и выпаривают до влажных солей. После этого прибавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 20 см<sup>3</sup> воды при слабом нагревании в течение 5 мин. Остаток вольфрамовой кислоты, приставшей к стенкам платиновой чашки, растворяют 10—15 каплями аммиака и присоединяют к основному раствору. В стакан приливают 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), 2 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора азотнокислого аммония. Нагревают раствор до кипения и кипятят в течение 1—2 мин.

Стакан оставляют в теплом месте на 30—40 мин и фильтруют осадок вольфрамовой кислоты на плотный беззольный фильтр.

уплотненный в конус фильтробумажной массой. Осадок на фильтре промывают горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония, приготовленного на основе раствора азотной кислоты (1:50) до отрицательной реакции на ион железа (III) с раствором роданистого аммония. Промытый осадок помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный платиновый тигель, а фильтрат сохраняют для определения остаточного вольфрама (фильтрат А).

Остатки вольфрамовой кислоты, приставшие к стенкам стакана, снимают кусочком фильтра, смоченного аммиаком, и присоединяют к основному осадку. Тигель с осадком помещают на плиту, подсушивают, озоляют и прокаливают при температуре 750–800°C до постоянной массы осадка. После охлаждения тигля в эксикаторе его взвешивают и находят массу загрязненной примесями трехокси вольфрама  $m_1$ .

Одновременно с проведением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов  $m_2$ .

2.3.2. Для определения содержания примесей в осадке трехокси вольфрама к взвешенному осадку трехокси вольфрама прибавляют 4 г калня натрия углекислого, тщательно перемешивают и сплавляют в муфельной печи при температуре 800°C в течение 10–15 мин.

Охлажденный тигель помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> и выщелачивают плав в 100 см<sup>3</sup> горячего 1%-ного раствора азотнокислого аммония. Раствор нагревают и после выщелачивания плава удаляют тигель, промывая его 1%-ным раствором азотнокислого аммония. Осадок фильтруют на фильтр средней плотности, промывают 10–12 раз горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония, содержащим несколько капель аммиака, и помещают в предварительно взвешенный тигель, а фильтрат Б сохраняют для определения содержания молибдена.

Тигель с осадком помещают на плиту, сушат, озоляют и прокаливают при температуре 800–900°C до постоянной массы осадка  $m_3$ .

2.3.3. Для определения содержания молибдена фильтрат Б выпаривают до объема 150 см<sup>3</sup>, охлаждают, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора по 10 см<sup>3</sup> и переносят в две мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup>. В каждую колбу приливают по 20 см<sup>3</sup> воды, по 20 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты и по 15 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты, перемешивают и охлаждают. Затем приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора сернистой меди и по 20 см<sup>3</sup> раствора тиомочевины. Через 10 мин к раствору одной из колб прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор второй колбы служит в качестве раствора сравнения.

Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 450 нм.

Содержание молибдена находят по градуировочному графику.

#### 2.3.3.1. Построение градуировочного графика

В четыре мерные колбы из пяти вместимостью по 100 см<sup>3</sup> каждая помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора молибдена Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020 г молибдена. В каждую колбу добавляют по 17 см<sup>3</sup> стандартного раствора вольфрама А, по 20 см<sup>3</sup> воды, по 20 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.3. Раствор пятой колбы, в которую помещены все применяемые для построения градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит раствором сравнения.

По найденным значениям оптической плотности строят градуировочный график.

Массу трехокси молибдена в осадке трехокси вольфрама ( $m_4$ ) в граммах вычисляют по формуле

$$m_4 = \frac{m \cdot V \cdot 1,5003}{V_1}$$

где  $m$  — масса молибдена, найденная по градуировочному графику, г;

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — аликвотная часть раствора, взятая для определения содержания молибдена, см<sup>3</sup>;

1,5003 — коэффициент пересчета массы молибдена на массу трехокси молибдена.

2.3.4. Для определения содержания вольфрама в фильтрате А после выделения вольфрамовой кислоты, фильтрат выпаривают досуха, трижды обрабатывают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, выпаривая раствор досуха. Затем к сухому остатку приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают до растворения солей и разбавляют раствор водой до 100 см<sup>3</sup>. К горячему раствору приливают 25%-ный раствор гидроокиси натрия до выпадения осадка гидроокисей металлов и еще в избыток 10 см<sup>3</sup>. Раствор кипятят 3—5 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата. Отбирают аликвотную часть раствора, равную 20 см<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты (2:1) и 4 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония. Раствор охлаждают, приливают по каплям раствор треххлористого титана до появления устойчивой окраски желтого цвета, 3—4 капли в избыток и доливают до метки соляной кислотой (2:1). Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 400 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта на загрязнение реактивов, проведенного через весь ход анализа.

Содержание вольфрама находят по градуировочному графику.  
2.3.4.1. *Построение градуировочного графика*

В четыре мерные колбы из пяти вместимостью по 100 см<sup>3</sup> каждая помещают 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора вольфрама Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,00015 и 0,0002 г вольфрама. В каждую колбу добавляют по 20 см<sup>3</sup> 2%-ного раствора гидроксида натрия, по 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 2:1, по 4 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония и далее анализ проводят как указано в п. 2.3.4. Раствор пятой колбы, в которую помещены все применяемые для построения градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит раствором сравнения.

По данным значениям оптической плотности строят градуировочный график.

Массу трехоксида вольфрама ( $m_5$ ) в граммах в фильтрате А вычисляют по формуле

$$m_5 = \frac{m \cdot V \cdot 1,2611}{V_1},$$

где  $m$  — масса вольфрама, найденная по градуировочному графику, г;

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — аликвотная часть раствора, взятая для определения содержания вольфрама, см<sup>3</sup>;

1,2611 — коэффициент пересчета массы вольфрама на массу трехоксида вольфрама.

## 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 + m_4) + m_5] \cdot 0,7930 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса осадка трехоксида вольфрама с примесями, г;

$m_2$  — масса осадка контрольного опыта на загрязнение реактивов, г;

$m_3$  — масса осадка примесей в трехоксида вольфрама, г;

$m_4$  — масса трехоксида молибдена, найденная в осадке трехоксида вольфрама, г;

$m_5$  — масса трехоксида вольфрама, найденная в фильтрате (А), г;

$m$  — масса навески, г;

0,7930 — коэффициент пересчета массы трехоксида вольфрама на массу вольфрама.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля вольфрама, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 50 до 60	0,5
Св. 60 » 85	0,7

### 3. ХЛОРНОКИСЛОТНЫЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ЦИНХОНИНА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на гидролитическом выделении вольфрама в виде вольфрамовой кислоты выпариванием раствора с хлорной кислотой. Для количественного выделения вольфрамовой кислоты применяют цинхонин.

Определение заканчивают прокаливанием вольфрамовой кислоты до трехоксида вольфрама с последующей проверкой осадка на чистоту фотометрическим методом.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:3.

Кислота хлорная, 57%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, 50%-ный раствор.

Цинхонин, свежеприготовленный 12,5%-ный раствор: 125 г цинхонина растворяют в 500 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Полученный раствор охлаждают и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Промывной раствор с цинхонином: к 10 см<sup>3</sup> раствора цинхонина прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Калий углекислый—натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75, 0,5%-ный раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 1%-ный раствор.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 50%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1 и 1:4.

Железо металлическое, восстановленное водородом.

Железо сернокислое, окисное, раствор: 7,5 г металлического железа растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), осторожно окисляют азотной кислотой и кипятят 5 мин; раствор