

**ГОСТ Р 51056—97**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

---

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

**АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ  
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА  
И МОЛИБДЕНА**

**Издание официальное**

**БЗ 1—97/21**

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва**

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 145  
«Методы контроля металлопродукции»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстан-  
дарта России от 2 июня 1997 г. № 203

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично  
воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официа-  
льного издания без разрешения Госстандарта России

## Содержание

1	Область применения . . . . .	1
2	Нормативные ссылки . . . . .	1
3	Общие требования . . . . .	2
4	Аппаратура, реактивы, растворы . . . . .	2
5	Подготовка к проведению анализа . . . . .	4
6	Проведение анализа . . . . .	6
7	Обработка результатов . . . . .	7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

**Атомно-эмиссионный спектральный метод определения вольфрама  
и молибдена**

Alloyed and high-alloyed steels.  
Atomic emission spectrometry method for determination of tungsten  
and molybdenum

---

Дата введения 1998—01—01

**1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает атомно-эмиссионный (с возбуждением в индуктивно-связанной плазме) метод определения массовой доли молибдена и вольфрама в легированных и высоколегированных сталях в диапазоне 0,01—5,0 %.

Метод основан на измерении интенсивности эмиссии атомов вольфрама и молибдена при введении раствора образца в источник возбуждения.

**2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4204—75 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

---

Издание официальное

ГОСТ 12349—83 Стали легированные и высоколегированные.  
Методы определения вольфрама

ГОСТ 13610—79 Железо карбонильное радиотехническое. Тех-  
нические условия

ГОСТ 18289—78 Натрий вольфрамвокислый 2-водный. Техни-  
ческие условия

ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец ме-  
таллические. Общие требования к методам анализа

### 3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

### 4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Стандартная спектрометрическая установка, состоящая из спект-  
рометра (многоканального или сканирующего последовательного),  
штатива возбуждения, высокочастотного генератора, измерительной  
электронной системы и компьютера.

Аргон по ГОСТ 10157.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор 1:1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь кислот: 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 150 см<sup>3</sup> ортофос-  
форной кислоты, 150 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 300 см<sup>3</sup> соляной кис-  
лоты осторожно перемешать.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Молибден металлический марки МЧВП.

Стандартные растворы молибдена:

Раствор № 1. 1 г металлического молибдена растворяют в 20 см<sup>3</sup>  
азотной кислоты (1:1) и 20 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1). Раствор  
выпаривают до паров серной кислоты, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды и  
нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор пере-  
носят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой

и перемешивают. Стандартный раствор № 1 содержит в 1 см<sup>3</sup> 1 мг молибдена.

Раствор № 2. 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора № 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор № 2 содержит в 1 см<sup>3</sup> 100 мкг молибдена.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289.

Стандартные растворы вольфрама:

Раствор № 3. 1,7942 г вольфрамовокислого натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> в небольшом количестве воды, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор № 3 содержит в 1 см<sup>3</sup> 1 мг вольфрама. Титр полученного раствора устанавливают гравиметрическим методом по ГОСТ 12349.

Раствор № 4. 10 см<sup>3</sup> раствора № 3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор № 4 содержит в 1 см<sup>3</sup> 100 мкг вольфрама.

Раствор № 5. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят указанные в таблице 1 объемы стандартных растворов № 1 и 3, раствором соляной кислоты (1:9) доводят до метки и перемешивают. Стандартный раствор № 5 содержит в 1 см<sup>3</sup> по 10 мкг вольфрама и молибдена.

Таблица 1 — Состав растворов для проведения контроля стабильности градуировочных характеристик

Рекалибровочные растворы	Диапазоны определения вольфрама и молибдена, %	Стандартные растворы		Массовые доли вольфрама и молибдена в рекалибровочных растворах,	
		№	Объем, см <sup>3</sup>	мкг/см <sup>3</sup>	%
А и стандартный раствор № 5	От 0,01 до 1,0 включ.	1	1,0	10,0	1,00
		3	1,0	10,0	1,00
Б	От 0,01 до 1,0 включ.	2	0,5	0,5	0,050
		4	0,5	0,5	0,050
В и стандартный раствор № 5	От 1,0 до 5,0 включ.	1	1,0	10,0	10,0
		3	1,0	10,0	10,0
Г	От 1,0 до 5,0 включ.	2	0,5	0,5	0,50
		4	0,5	0,5	0,50

## 5 ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

5.1 Подготовку прибора к проведению измерений проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации и обслуживанию. Инструментальные параметры прибора и расходы потоков аргона устанавливают в пределах, обеспечивающих максимальную чувствительность определения вольфрама и молибдена.

5.2 Установление градуировочных характеристик проводят по раствору № 5 и раствору соляной кислоты (1:9). Для каждого раствора выполняют не менее пяти измерений интенсивностей вольфрама (по аналитической линии с длиной волны 207,91 или 218,94 нм) и молибдена (по аналитической линии с длиной волны 202,03 или 203,84 нм). По средним значениям интенсивностей вычисляют параметры градуировочных характеристик. При определении градуировочных характеристик массовые доли вольфрама и молибдена выражают в процентах в соответствии со значениями, приведенными в таблице 1. Параметры градуировочных характеристик записывают в память компьютера.

Допускается использование других аналитических линий, если они обеспечивают определение массовых долей вольфрама и молибдена в требуемом диапазоне с точностью, установленной настоящим стандартом.

Допускается использование других методов определения параметров градуировочных характеристик, если это предусмотрено математическим обеспечением спектрометрической установки.

5.3 При анализе сталей с массовыми долями вольфрама и молибдена от 0,01 до 1,0 % навеску пробы массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> свежеприготовленной смеси кислот, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения навески. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана и часовое стекло дистиллированной водой, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученный раствор содержит в 1 см<sup>3</sup> 1 мг навески образца стали.

При анализе сталей с массовыми долями вольфрама и молибдена в диапазоне от 1,0 до 5,0 % в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 5 см<sup>3</sup> полученного раствора, доводят раствором хлористо-

дородной кислоты (1:9) до метки и перемешивают. Полученный таким образом раствор содержит 100 мкг навески образца в 1 см<sup>3</sup>.

Допускают применение других способов растворения навесок сталей, обеспечивающих полное разложение пробы и не требующих внесения изменений в дальнейшие стадии анализа.

5.4 Растворение навески государственного стандартного образца (ГСО), близкого по химическому составу к анализируемым пробам, проводят в соответствии с 5.3.

5.5 Параллельно с растворением образца, выполняя все операции методики и используя те же количества реагентов, проводят контрольный опыт для учета содержания вольфрама и молибдена в реактивах.

5.6 Приготовление растворов, используемых для контроля стабильности градуировочных характеристик

5.6.1 Две навески железа, массой 0,09 г каждая, помещают в два стакана, растворяют по 5.3 и переводят в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup>. Туда же вводят указанные в таблице 1 объемы стандартных растворов (№ 1, 3 и 2, 4), доводят водой до метки и перемешивают. Полученные таким образом растворы А и Б (рекалибровочные растворы) используют для контроля стабильности градуировочных характеристик при анализе сталей с массовой долей вольфрама и молибдена в диапазоне от 0,010 до 1,00 %.

5.6.2 В две мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> вносят по 10 см<sup>3</sup> раствора контрольного опыта и указанные в таблице 1 объемы стандартных растворов (№ 1, 3 и 2, 4), доводят раствором соляной кислоты (1:9) до метки и перемешивают. Таким образом получают рекалибровочные растворы В и Г, которые используют для контроля стабильности градуировочных характеристик при анализе сталей с массовой долей вольфрама и молибдена в диапазоне от 1,0 до 5,0 %.

Рекалибровочные растворы готовят с каждой партией анализируемых образцов.

Для подготовки всей серии растворов анализируемых образцов, ГСО, контрольного опыта и рекалибровочных растворов используют реактивы из одной партии.



## 6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1 Контроль стабильности градуировочных характеристик (рекалибровку) проводят перед началом измерений в соответствии с математическим обеспечением прибора. Для контроля стабильности по верхней границе диапазона используют рекалибровочные растворы А и В, а по нижней соответственно рекалибровочные растворы Б и Г при анализе сталей с массовыми долями вольфрама и молибдена, указанными в таблице 1. С этой целью проводят 3—5 измерений интенсивностей вольфрама и молибдена по выбранным аналитическим линиям, распыляя в плазму соответствующий рекалибровочный раствор.

Допускают применять другие способы контроля стабильности градуировочных характеристик, предусмотренные математическим обеспечением спектрометрической установки.

6.2 Контроль правильности результатов анализа проводят измерением массовой доли вольфрама и молибдена в растворе ГСО по 5.4.

Распыляя в плазму соответствующий раствор, выполняют три параллельных измерения. Массовая доля, представляющая собой средний результат этих измерений, является одним из параллельных определений аттестованных значений вольфрама и молибдена в ГСО.

Среднее значение двух полученных таким образом параллельных определений массовых долей вольфрама и молибдена не должно отличаться от аттестованного более, чем на допускаемое значение, приведенное в таблице 2. В противном случае рекалибровку повторяют.

Таблица 2 — Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовых долей вольфрама и молибдена

В процентах

Массовая доля элемента	Погрешность результатов анализа $\Delta$	Допускаемые расхождения		
		между результатами двух параллельных определений $d_2$	между результатами анализа, выполненными в разных условиях, $d_k$	между результатами воспроизведенного и аттестованного значений стандартного образца $\delta$
<b>В о л ь ф р а м</b>				
От 0,01 до 0,02 включ.	0,006	0,006	0,008	0,004
Св. 0,02 * 0,05 *	0,008	0,008	0,010	0,005
* 0,05 * 0,10 *	0,013	0,014	0,018	0,009
* 0,10 * 0,20 *	0,020	0,020	0,025	0,013

## Окончание таблицы 2

Массовая доля элемента	Погрешность результатов анализа $\Delta$	Допускаемые расхождения		
		между результатами двух параллельных определений $d_2$	между результатами анализа, выполненными в разных условиях, $d_k$	между результатами воспроизведенного и аттестованного значений стандартного образца $\delta$
Св 0,20 до 0,50 включ	0,030	0,030	0,040	0,020
« 0,50 « 1,0 «	0,050	0,050	0,060	0,030
« 1,0 « 2,0 «	0,060	0,060	0,080	0,040
« 2,0 « 5,0 «	0,10	0,10	0,13	0,060
<b>Молибден</b>				
От 0,01 до 0,02 включ	0,004	0,004	0,005	0,0024
Св 0,02 « 0,05 «	0,006	0,006	0,007	0,004
« 0,05 « 0,10 «	0,009	0,009	0,011	0,007
« 0,10 « 0,20 «	0,015	0,016	0,018	0,010
« 0,20 « 0,50 «	0,024	0,025	0,030	0,016
« 0,50 « 1,0 «	0,030	0,030	0,040	0,020
« 1,0 « 2,0 «	0,040	0,040	0,060	0,030
« 2,0 « 5,0 «	0,070	0,070	0,10	0,050

6.3 Измерение массовых долей вольфрама и молибдена проводят для каждого раствора анализируемых образцов аналогично процедуре, указанной в 6.2. С этой целью распыляют в плазму растворы массовой концентрации 1 мг/см<sup>3</sup> при анализе сталей с массовой долей вольфрама и молибдена до 1,00 % и растворы концентрации 100 мкг/см<sup>3</sup> при анализе сталей с массовой долей вольфрама и молибдена от 1,00 до 5,0 %.

6.4. После каждого измерения систему промывают распылением раствора соляной кислоты (1:9).

## 7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1 Массовую долю вольфрама и молибдена в образце  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_x}{m}, \quad (1)$$

где  $C_x$  — массовая доля вольфрама и молибдена в растворе анализируемой пробы, %;

$m$  — масса навески стали, содержащаяся в 1 см<sup>3</sup> раствора, мг.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений по двум навескам анализируемого образца.

7.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовых долей вольфрама и молибдена приведены в таблице 2.

7.3 Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемые расхождения для соответствующих концентраций, приведенные в таблице 2. При получении результатов с расхождениями более допускаемых анализ следует повторить, используя новые навески анализируемого образца. Если при повторном анализе расхождение результатов параллельных определений вновь превышает допустимое, образец бракуют и заменяют новым.

ГОСТ Р 51056—97

---

УДК 669 14:546.74.06:006.354    ОКС 77.040    В39    ОКСТУ 0709

Ключевые слова: стали легированные и высоколегированные, методы контроля, вольфрам, молибден

---

Редактор *Л И Нахимова*  
Технический редактор *В Н Прусакова*  
Корректор *М И Першина*  
Компьютерная верстка *Л А Круговой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 17 06 97 Подписано в печать 08 07 97  
Усл печ л 0,70 Уч -изд л 0,57 Тираж 224 экз С669 Зак 485

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип “Московский печатник”  
Москва, Лялин пер , 6  
Плр № 080102