ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА

ГОСТ 6689.11—92

Издание официальное

БЗ 5—92/636

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Метод определения вольфрама

Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Method for the determination of tungsten

ГОСТ 6689.11—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения вольфрама (при массовой доле от 2 до 4%) в никелевых сплавах по ГОСТ 19241.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА

2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении вольфрама в виде вольфрамовой кислоты, отделении осадка и прокаливании его до трехокиси вольфрама. Осадок взвешивают, обрабатывают раствором гидроокиси натрия, отфильтровывают и прокаливают. Содержание вольфрама рассчитывают по разности массы осадка до и после его обработки раствором гидроокиси натрия.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 3 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 10.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 и раствор 100 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор 10 г/дм³ в растворе гидроокиси натрия 100 г/дм³.

Натрий вольфрамовокислый ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$).

Издание официальное

© Издательство, стандартов, 1992

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

Стандартный раствор вольфрама: 0,895 г $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,001 г вольфрама.

Точное содержание вольфрама устанавливают гравиметрическим методом.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и раствор с выделившейся вольфрамовой кислотой выпаривают досуха. К сухому остатку добавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 10 см³ концентрированной соляной кислоты при нагревании и добавляют 100 см³ горячей воды.

Осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на два фильтра средней плотности, стакан и осадок на фильтре промывают горячей соляной кислотой (1 : 10) до отрицательной реакции промывных вод на никель (проба со щелочным раствором диметилглиоксима). Остатки вольфрамовой кислоты, приставшие к стенкам стакана, снимают кусочками бумажного фильтра и присоединяют к осадку на фильтре. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, сжигают и прокаливают при 750—800°С до постоянной массы. К прокаленному остатку прибавляют 6 г гидроокиси натрия и осторожно прибавляют 10—15 см³ горячей воды. Спустя 4—5 мин содержание тигля выливают в стакан, тигель ополаскивают небольшим количеством воды и раствор в стакане разбавляют водой до 100—150 см³. Раствор фильтруют через два фильтра средней плотности и промывают горячей водой до исчезновения щелочной реакции в промывных водах по универсальной индикаторной бумаге. Фильтр помещают в тот же тигель, высушивают, сжигают и прокаливают при 750—800°С до постоянной массы. По разности массы тигля с трехокисью вольфрама до обработки раствором гидроокиси натрия и после обработки находят содержание трехокиси вольфрама.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 0{,}7931 \cdot 100}{m_0},$$

где m — масса платинового тигля с трехокисью вольфрама до обработки раствором гидроокиси натрия, г;

m_1 — масса платинового тигля после обработки раствором гидроокиси натрия, г;

0,7931 — коэффициент пересчета с массы трехокиси вольфрама на массу вольфрама;

m_2 — масса навески сплава, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать 0,1% и 0,14% соответственно.

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Богданова, И. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.11—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 5828—77	2.2
ГОСТ 6689.1—91	Разд. 1
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	Разд. 1; 2.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб 30.06.92. Подп в печ. 20.08.92. Усл. п. л. 0,375. Усл. кр.-отт 0,375. Уч.-изд. л. 0,21. Тир. 682 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1318

gost.e-ecolog.ru