ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОВОЛЬФРАМ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 14638.6—84, ГОСТ 14638.8—84, ГОСТ 14638.9—84, ГОСТ 14638.11—84 –ГОСТ 14638.15—84 (СТ СЭВ 4198—83, СТ СЭВ 4082—83, СТ СЭВ 4043—83, СТ СЭВ 4083—83, СТ СЭВ 4042—83, СТ СЭВ 4044—83, СТ СЭВ 4085—83, СТ СЭВ 4084—83)

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОВОЛЬФРАМ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 14638.6—84, ГОСТ 14638.8—84, ГОСТ 14638.9—84 ГОСТ 14638.11-84—ГОСТ 14638.15-84 (СТ СЭВ 4198—83, СТ СЭВ 4082—83, СТ СЭВ 4043—83, СТ СЭВ 4083—83, СТ СЭВ 4042—83, СТ СЭВ 4044—83)

Издание официальное

Москва—1984

РАЗРАБОТАНЫ Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. П. Поздеев, канд. техн. наук; **Н. А. Чирков,** канд. техн. наук; **В. Л. Зуева; Е. М. Познякова; П. Ф. Агафонов; Л. М. Клейнер; Г. И. Гусева**

ВНЕСЕНЫ Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии **В. Г. Антипин**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 мая 1984 г. № 1698, 1699, 1700

УДК 669.15'27—198:546.621.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОВОЛЬФРАМ

Метод определения алюминия

Ferrotungsten.
Method for determination of aluminium content

ГОСТ 14638.6—84

(СТ СЭВ 4198—83)

Взамен ГОСТ 14638.6—69

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 мая 1984 г. № 1698 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический метод определения в ферровольфраме массовой доли общего алюминия в диапазоне от 0,5 до 6,0%.

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с трилоном Б, избыток которого титруют раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Мешающие определению элементы отделяют: вольфрам — при помощи кислого гидролиза в виде вольфрамовой кислоты, железо и марганец — осаждением щелочью.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4198—83.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу 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 № 16 по ГОСТ 6613—73.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★



Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 5.

Желатин по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный, 0,5%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111—74, раствор: 7,5 г азотнокислого железа растворяют в 80 см³ воды с добавлением 5 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 37 и 1%-ные растворы.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 25%-ный раствор; готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Буферный раствор с pH 5,5—5,8 : 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм³ воды, добавляют 30 см³ уксусной кислоты и перемешивают; pH раствора контролируют.

Аммоний винокислый по ГОСТ 4951—79, 5%-ный раствор.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 1,000 г алюминия растворяют в 20 см³ соляной кислоты (1 : 1), приливают 20 см³ серной кислоты и выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты. Затем раствор охлаждают, приливают 200 см³ воды, растворяют соли и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, после чего доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,001 г/см³.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Цинк, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: 1,6350 г цинка растворяют в 20 см³ соляной кислоты (1 : 1), приливают несколько капель азотной кислоты, выпаривают раствор до сиропообразного состояния, приливают 100 см³ воды и растворяют соли при нагревании, после чего добавляют 25 см³ буферного раствора, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289—78, 9%-ный раствор: 45 г вольфрамовокислого натрия растворяют в 300 см³ воды и фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³. Фильтр промывают 3—4 раза водой и отбрасывают. В мерную колбу приливают 10 см³ раствора гидроокиси натрия, доливают до метки водой и перемешивают; хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Ксиленоловый оранжевый.

Смесь индикаторная: 0,1 г ксиленолового оранжевого растирают с 10 г хлористого натрия.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: 9,3 г трилона Б растворяют в 400 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Массовую концентрацию трилона Б определяют по стандартному раствору алюминия.

Для этого в три платиновые чашки помещают стандартный раствор алюминия в количестве 5 см³ на каждый процент содержания алюминия в пробе. Затем добавляют раствор вольфрамовокислого натрия в количестве 1 см³ на каждые 10% вольфрама в пробе, раствор азотнокислого железа в количестве 5 см³ на каждые 10% железа в пробе, по 10 см³ фтористоводородной и азотной кислот и выпаривают раствор досуха. К сухому остатку приливают по 15 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают до полного удаления паров серной кислоты. Стенки чашки ополаскивают небольшим количеством воды и снова выпаривают досуха. Далее анализ ведут как указано в разд. 3.

Массовую концентрацию раствора трилона Б *(T)* по алюминию, выраженную в г/см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{V \cdot C_1}{V_1 - V_2 \cdot K},$$

где V — объем стандартного раствора алюминия, взятый для определения массовой концентрации трилона Б, см³;

C_1 — концентрация алюминия в стандартном растворе, г/см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, добавленный к стандартному раствору алюминия, см³;

V_2 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и цинка.

Определяют соотношение между растворами трилона Б и цинка: к 200 см³ щелочного раствора контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа и помещенного в коническую колбу, приливают 10 см³ соляной кислоты, 20 см³ раствора трилона Б, нейтрализуют раствор по фенолфталеину соляной кислотой (1 : 1), приливают 15 см³ буферного раствора, 20 см³ раствора виннокислого аммония и кипятят 3—4 мин. Затем раствор охлаждают, добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси и титруют раствором цинка до перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную.

Соотношение между растворами трилона Б и цинка *(K)* вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_3}{V_4},$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, добавленный в раствор контрольного опыта, см³;

V_4 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование раствора трилона Б, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску ферровольфрама массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 10 см³ фтористоводородной кислоты, а затем по каплям азотную кислоту до прекращения растворения навески и еще 10 см³ в избыток азотной кислоты. Чашку с раствором помещают на плиту и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 15 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают раствор до удаления паров серной кислоты. Стенки чашки обмывают небольшим количеством воды и снова выпаривают досуха. Затем в чашку приливают 40 см³ соляной кислоты (1 : 1), растворяют соли при нагревании в течение 10 мин и переносят содержимое чашки в стакан вместимостью 300 см³. Остаток вольфрамовой кислоты, приставший к стенкам чашки, растворяют в 10—15 каплях аммиака и присоединяют к основному раствору. После этого к раствору приливают 5 см³ азотной кислоты, кипятят 10 мин и оставляют на ночь при комнатной температуре. На следующий день к раствору с осадком приливают горячей воды до объема 100—150 см³, нагревают содержимое стакана до кипения, прибавляют 10—15 см³ раствора желатина, хорошо перемешивают и оставляют на 1,5—2 ч при температуре 60—70° С.

Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, на котором находится небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают фильтр с осадком 8—10 раз горячей соляной кислотой (1 : 100).

Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 500 см³, выпаривают до объема 10—15 см³ и сохраняют для определения алюминия.

Осадок вольфрамовой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 750—800° С до полного сгорания фильтра.

В тигель с прокаленным осадком трехокиси вольфрама прибавляют 5 г углекислого натрия, хорошо перемешивают и сплавляют при температуре 950—1000° С в течение 20—30 мин. Плав выщелачивают при нагревании в 100 см³ воды в стакане вмести-

мостью 250—300 см³. Тигель вынимают из раствора и обмывают его водой.

К раствору при перемешивании добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина, осторожно приливают 15 см³ соляной кислоты (1 : 1) и 50 см³ 37%-ного раствора хлористого аммония. Раствор должен иметь щелочную реакцию. Если раствор окажется кислым, то в стакан добавляют углекислый натрий в виде соли до щелочной реакции раствора. При этом раствор должен иметь pH 7—8 (по универсальной индикаторной бумаге).

Раствор кипятят 30—40 мин. Выделившийся осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 8—10 раз горячим 1%-ным раствором хлористого аммония. Воронку с осадком помещают в горлышко колбы, в которой находится основной раствор алюминия. Осадок на фильтре растворяют двумя порциями горячей соляной кислоты (1 : 1), приливая ее каждый раз порциями по 10—15 см³. Фильтр промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (1 : 100) и отбрасывают. Раствор выпаривают до объема 5—10 см³, приливают 100 см³ горячей воды, нагревают до кипения и затем тонкой струйкой, при перемешивании, переносят в стакан вместимостью 250 см³, в котором находится 40 см³ горячего раствора гидроокиси натрия. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть раствора 200 см³, при массовой доле алюминия до 3%, или 100 см³, при массовой доле алюминия свыше 3%, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают соответственно 10 или 5 см³ соляной кислоты и из бюретки — 20 или 25 см³ раствора трилона Б.

Избыток щелочи в присутствии 2—3 капель фенолфталеина нейтрализуют соляной кислотой (1 : 1) до изменения окраски раствора, после чего приливают 15 см³ буферного раствора, 20 см³ раствора виннокислого аммония и кипятят 3—4 мин. Затем раствор охлаждают, добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси и избыток трилона Б титруют раствором цинка до перехода окраски из желтой в малиново-красную.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_5 - V_6 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V_5 — объем титрованного раствора трилона Б, добавленного к анализируемому раствору, см³;

V_6 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и цинка;

T — массовая концентрация раствора трилона Б по алюминию, г/см³;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, взятой для титрования, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,5 до 1,0 включ.	0,08
Св. 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0 » 4,0 »	0,15
» 4,0 » 6,0 »	0,20

Группа В19

Изменение № 1 ГОСТ 14638.6—84 Ферровольфрам. Метод определения алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.10.89 № 3261

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значение: 6,0 % на 7,0 %.

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

(Продолжение см. с. 66)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.6 –84)

Раздел 2. Заменить слова: «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %»; «37 и 1 %-ные растворы» на «растворы с массовой долей 37 % и 10 %»; «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»; «0,1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»; «9 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 9 %»;

исключить ссылку: ГОСТ 5850—72.

Раздел 3. Первый абзац. Заменить слова: «Чашку с раствором помещают на плиту и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 15 см³ разбавлен-

(Продолжение см. с. 67)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.6—84)

ной серной кислоты и выпаривают раствор до удаления паров серной кислоты» на «Затем приливают 15 см³ раствора серной кислоты и нагревают содержимое чашки до паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки чашки небольшим количеством воды и выпаривают досуха»;

шестой абзац. Заменить слова: «37 %-ного раствора хлористого аммония» на «раствора хлористого аммония с массовой долей 37 %»;

седьмой абзац. Заменить слова: «1 %-ным раствором хлористого аммония» на «раствором хлористого аммония с массовой долей 1 %».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в таблице.

(Продолжение см. с. 68)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.6—84)

Таблица

Массовая доля алюминия, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,5 до 1,0 включ.	0,06	0,08	0,07	0,08	0,04
Св. 1,0 » 2,0 »	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05
» 2,0 » 5,0 »	0,12	0,15	0,12	0,15	0,08
» 5,0 » 7,0 »	0,16	0,20	0,17	0,20	0,11

(ИУС № 2 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru