УДК 669.15'27—198:546.28.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОВОЛЬФРАМ

Метод определения кремния

Ferrotungsten.
Method for the determination of the silicon

ГОСТ 14638.4—81 (СТ СЭВ 2202—80)

Взамен
ГОСТ 14638.4—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 гравиметрический сернокислый метод определения массовой доли кремния в диапазоне от 0,15 до 3,0% в ферровольфраме.

Метод основан на выделении кремния в виде кремниевой кислоты, с применением в качестве коагулянта желатина.

Осадок кремниевой кислоты совместно с осадком трехокиси вольфрама отфильтровывают и определение заканчивают гравиметрическим методом.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2202—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. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:50.
Натрия перекись.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

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

Желатин по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный 0,5%-ный раствор: 1 г желатина помещают в колбу с 200 см³ холодной воды и дают стоять при комнатной температуре в течение 25—30 мин, перемешивая раствор 3—4 раза. После чего раствор нагревают при температуре 50—60°С до полного растворения желатина.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску ферровольфрама массой 1 г помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в муфеле при температуре 800°С в течение 2 ч. Во избежание спекания навеску через 5 мин от начала прокаливания осторожно перемешивают концом стальной проволоки. Перемешивание повторяют 2—3 раза в течение всего времени прокаливания. Затем навеску количественно переносят в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 50 см³ соляной кислоты.

При определении кремния в ферровольфраме, полученном алюминотермическим способом и содержащим большое количество алюминия, навеску разлагают сплавлением с перекисью натрия. Для этого навеску образца ферровольфрама, равную 1 г, помещают в никелевый или железный тигель, в котором находится 8—10 г перекиси натрия. Сначала содержимое тигля осторожно нагревают при температуре 300—400°С, а затем тигель помещают в муфель, нагретый до температуры 650—700°С и сплавляют при этой температуре в течение 5—6 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан из полиэтилена вместимостью 400 см³, приливают 80 см³ воды. Стакан прикрывают часовым стеклом и плав выщелачивают без нагревания.

По выщелачивании плава тигель извлекают, протирают стенки его стеклянной палочкой с резиновым наконечником и обмывают водой. В стеклянный стакан вместимостью 400 см³ помещают 60 см³ соляной кислоты и вливают раствор из полиэтиленового стакана, ополаскивая его 5—6 раз водой.

Солянокислый раствор, полученный после растворения или сплавления навески, прикрывают часовым стеклом, помещают на плиту и умеренно нагревают до образования желтого осадка вольфрамовой кислоты. Снимают со стакана часовое стекло, раствор выпаривают до объема 10—15 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, кипятят в течение 5 мин и осторожно приливают 30 см³ серной кислоты. Раствор выпаривают до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 4—5 мин. Стакан охлаждают, обмывают стенки небольшим количеством воды и раствор снова выпаривают до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 2—3 мин. Содержимое стакана охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты 100 см³ теплой

воды, после чего раствор нагревают в течение 10—15 мин при перемешивании.

К раствору с температурой 60—70°С приливают 10 см³ раствора желатина, хорошо перемешивают в течение 1—2 мин и через 10 мин осадок вольфрамовой и кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности в присутствии небольшого количества беззольной фильтробумажной массы. Осадок переносят на фильтр и промывают 10—12 раз разбавленной соляной кислотой и под конец 3—4 раза горячей водой. Фильтр с осадком основной массы кремниевой кислоты сохраняют для последующей обработки.

Фильтрат и промывные воды помещают в тот же стакан, в котором проводилось выделение кремниевой кислоты, приливают 5 см³ азотной кислоты и раствор выпаривают до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 4—5 мин. Содержимое стакана охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты, 100 см³ теплой воды и раствор нагревают до растворения солей.

К раствору с температурой 60—70°С приливают 10 см³ раствора желатина, перемешивают в течение 1—2 мин и через 10 мин осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности. Осадок количественно переносят на фильтр и промывают его 8—10 раз горячей разбавленной соляной кислотой и под конец 3—4 раза горячей водой.

Фильтры с основным и дополнительно выделенным осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, сушат, осторожно озоляют и прокаливают в течение 40—50 мин при температуре 1000—1100°С. После охлаждения в тигель с осадком добавляют несколько капель серной кислоты, сушат и прокаливают при температуре от 750 и 800°С в течение 30 мин. Затем, после охлаждения, тигель с осадком взвешивают, прибавляют несколько капель воды, 10 капель серной кислоты, 5—6 см³ раствора фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до полного удаления серной кислоты. Сухой остаток прокаливают при температуре 750—800°С в течение 30 мин, охлаждают и взвешивают.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0{,}4674}{m},$$

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_3 — масса тигля с осадком контрольного опыта на загрязнение реактивов до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса тигля с остатком контрольного опыта на загрязнение реактивов после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

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

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,15 до 0,25	0,04
Св. 0,25 » 0,50	0,05
» 0,50 » 1,00	0,07
» 1,00 » 3,0	0,10

Изменение № 1 ГОСТ 14638.4—81 Ферровольфрам. Метод определения кремния

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.

Раздел 2. Заменить слова: «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³».

(Продолжение см. с. 52)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.4—81)

Пункт 4.2 (кроме таблицы) изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице»

(ИУС № 5 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru