МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

ВОЛЬФРАМ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА И СЕРЫ

Издание официальное

БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.27:546.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОЛЬФРАМ

Методы определения углерода

Tungsten. Methods for the determination of carbon

ГОСТ 14339.1—82

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический и кулонометрический методы определения углерода в металлическом вольфраме, вольфрамовом ангидриде, паравольфрамате аммония и вольфрамовой кислоте (при массовой доле углерода от 0,0005 до 0,5 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 29103.

2. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

2.1. Сущность метода

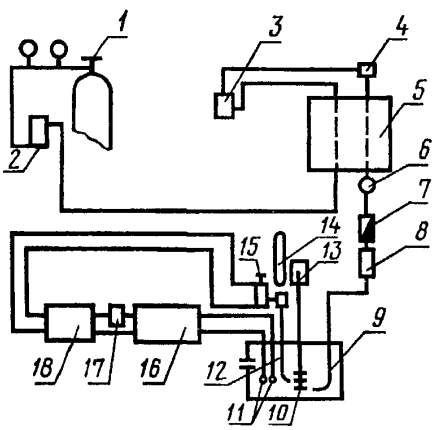
Метод основан на сжигании анализируемого образца в токе кислорода в трубчатой печи при 1250—1350 °С с последующим поглощением образующейся двуокиси углерода раствором электролита.

Углекислый газ, поглощаясь электролитом, изменяет pH раствора и тем самым изменяет потенциал электродов, далее электролит титруют раствором гидрата окиси бария до первоначального значения pH (9,7—10).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для определения содержания углерода, приведенная на чертеже, состоит из баллона *1* с редукционным вентилем и кислородом (ГОСТ 5583); ротаметра типа РС-3Л или РМ-А *2*; склянки *3* с аскаритом; загрузочного затвора *4*; двухтрубчатой печи *5* с селитовыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до (1300±20) °С; пылевого фильтра *6*; капиллярного дросселя *7*; склянки *8*, наполненной гранулированной двуокисью марганца; электролитической ячейки *9*; мешалки *10*; электродной системы *11*; капельницы *12* для ввода в ячейку титранта; электромотора *13*; бюретки *14* вместимостью 10—25 $см^3$; магнитного клапана *15*; pH-метра *16* типа pH-340 или pH-121; нормального элемента *17*; блока автоматического титрования *18* (БАТ-15, БАТ-12ЛМ).



Примечание. Вместо бюретки *14*, магнитного клапана *15* можно использовать автоматическую бюретку — дозатор Б-701. Электролитическую ячейку *9* вместимостью 200 $см^3$ можно заменить сосудом с пористым фильтром № 2 или 3 вместимостью 100 $см^3$.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Допускается использовать анализатор, обеспечивающий точность не ниже указанной в стандарте.

Нормальный элемент подключают в случае использования pH-метра pH-340 и БАТ-12ЛМ.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435.

Аммиак по ГОСТ 3760.

Гранулированная двуокись марганца: 200 г сернокислого марганца растворяют в 2500 $см^3$ горячей воды, затем в раствор прибавляют 25 $см^3$ аммиака; добавляют 1000 $см^3$ 22,5 %-ного раствора надсернокислого аммония и смесь кипятят в течение 10 мин. Во время кипения прибавляют аммиак до щелочной реакции, после чего раствор выдерживают до полного выделения осадка двуокиси марганца. Осадок отфильтровывают, промывают и сушат при 110 °С.

Аскарит.

Известь натронная.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, 22,5 %-ный раствор.

Лодочки фарфоровые ЛС-2, ЛС-4 по ГОСТ 9147.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые внутренним диаметром 20—21 мм.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, насыщенный раствор.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор электролита: 10 г хлористого бария растворяют в 1000 $см^3$ дистиллированной воды и к полученному раствору приливают 10 $см^3$ этилового спирта.

Бария гидрат окиси по ГОСТ 4107, насыщенный раствор: гидрат окиси бария растворяют в дистиллированной воде (предварительно прокипяченной в течение 2 ч и охлажденной до комнатной температуры). Полученный раствор разбавляют в 30 раз. Раствор хранят в бутылях, снабженных трубками с натронной известью.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Стандартные образцы категории ГСО, ОСО, СОП, в которых содержание компонента не отличается от анализируемого более чем в два раза.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к анализу

К выходу pH-метра подключают блок автоматического титрования через последовательно включенный нормальный элемент. Настраивают pH-метр и блок автоматического титрования по прилагаемым инструкциям к этим приборам.

Электродную систему настраивают по буферному раствору pH 9,18—9,22 (фиксанал 0,01М раствора тетраборнокислого калия).

Фарфоровые лодочки прокаливают в токе кислорода при 1280 °С в течение 3 мин.

Электролитическую ячейку заполняют электролитом 200 $см^3$, а в случае ячейки с пористой перегородкой 100 $см^3$.

Устанавливают расход кислорода 700 $см^3$ в 1 мин. Включают БАТ на титрование и доводят pH до 10.

Сжигая 3—4 навески стандартного образца, устанавливают титр гидрата окиси бария.

Образцы вольфрамовой кислоты прокаливают в течение 4 ч при (650±10) °С до вольфрамового ангидрида.

Образцы паравольфрамата аммония переводят в вольфрамовый ангидрид прокаливанием при (650±10) °С в течение 1,5 ч.

Вольфрамовый ангидрид сжигают в токе кислорода без предварительной обработки.

Образцы металлического вольфрама очищают от возможного загрязнения, промывая в 5—10 $см^3$ спирта.

2.4. Проведение анализа

В зависимости от массовой доли углерода в анализируемой пробе берут различные навески в соответствии с табл. 1.

Прокаленную лодочку с навеской анализируемой пробы помещают в трубку для сжигания, закрывают затвор и включают блок автоматического титрования на титрование.

Окончание анализа фиксируется блоком автоматического титрования и по бюретке отсчитывается количество раствора гидрата окиси бария, израсходованного на титрование.

Сжигание стандартного образца для установления титра проводят после каждой пятой проанализированной пробы.

Таблица 1

Массовая доля углерода, %	Масса навески, г
От 0,0005 до 0,001	2,00
Св. 0,001 » 0,005	1,00
» 0,005 » 0,05	0,50
» 0,05 » 0,5	0,25

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю углерода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_0)\,T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидрата окиси бария, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_0 — объем раствора гидрата окиси бария, израсходованный на титрование раствора в контрольном опыте, см^3;

T — титр раствора гидрата окиси бария, выраженный в г/см^3 углерода;

m — масса навески, г.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля углерода, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 » 0,003	0,0004
» 0,003 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,03	0,002
» 0,03 » 0,1	0,004
» 0,1 » 0,3	0,015
» 0,3 » 0,5	0,025

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании анализируемого образца в токе кислорода в трубчатой печи при 1200—1250 °С с последующим поглощением образующейся двуокиси углерода раствором электролита.

Затем электролит электролизуется для восстановления исходного pH, и по количеству израсходованного электричества в процессе электролиза измеряют содержание углерода.

3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Кулонометрический анализатор АН-7560 или любого другого типа для данного диапазона определения содержания углерода.

Печь сопротивления, обеспечивающая нагрев до (1300±20) °С.

Баллон с редукционным вентилем с кислородом по ГОСТ 5583.

Лодочки фарфоровые ЛС-2 и ЛС-4 по ГОСТ 9147.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые внутренним диаметром 20—21 мм.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Стандартные образцы категории ГСО, ОСО, СОП, в которых содержание компонента не отличается от анализируемого более чем в два раза.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Подготовка к анализу

Фарфоровые лодочки прокаливают в токе кислорода при 1280 °С в течение 3 мин.

Включают анализатор в сеть и настраивают. Калибруют анализатор по стандартным образцам.

Образцы вольфрамовой кислоты обезвоживают и прокаливают в течение 4 ч при (650±10) °С до вольфрамового ангидрида.

Образцы паравольфрамата аммония переводят в вольфрамовый ангидрид прокаливанием при (650±10) °С в течение 1,5 ч.

Вольфрамовый ангидрид сжигают в токе кислорода без предварительной обработки.

Образцы металлического вольфрама очищают от возможного загрязнения, промывая в 5—10 $см^3$ спирта.

3.4. Проведение анализа

В зависимости от массовой доли углерода в анализируемой пробе берут различные навески в соответствии с табл. 1.

Лодочку с подготовленной пробой помещают в трубку для сжигания, закрывают затвор и включают прибор на титрование.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовая доля углерода в процентах за вычетом содержания углерода, найденного в контрольном опыте, соответствует показанию цифрового табло прибора.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений величин, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.3. Метод применяют при разногласии в оценке качества вольфрама.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.И. Вепринцев, С.Н. Суворова, Н.С. Бородин, Л.В. Михайлова, В.В. Султанян, Н.П. Аникеева, З.А. Исаева, В.И. Виноградов, В.Е. Чеботарев, В.А. Прилепская, Ю.А. Абрамов, Н.Б. Денисов, Л.М. Ефимов, З.К. Стегендо

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.09.82 № 3868

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14339.1—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 435—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4107—78	2.2
ГОСТ 4108—72	2.2
ГОСТ 4234—77	2.2
ГОСТ 5583—78	2.2
ГОСТ 9147—80	2.2, 3.2
ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 29103—91	1.2

5. **Ограничение срока действия снято** Постановлением Госстандарта от 27.09.91 № 1525

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (июнь 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1988 г. (ИУС 7—88)

gost.e-ecolog.ru