

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 13151.2—82. ГОСТ 13151.3—82,
ГОСТ 13151.6—82, ГОСТ 13151.7—82,
ГОСТ 13151.9—82, ГОСТ 13151.10—82
(СТ СЭВ 2866-81—СТ СЭВ 2871-81)

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

НЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

УДК 669.15'28—198 : 543.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 13151.2—82*

(СТ СЭВ 2866—81)

Взамен ГОСТ 13151.2—77

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Методы определения вольфрама

Ferromolybdenum. Methods for determination of tungsten

ОКСТУ 0850

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 мая 1982 г. № 2119 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения вольфрама в ферромолибдене:

фотометрический роданидный (при массовой доле вольфрама от 0,1 до 1,6%);

экстракционно-фотометрический (при массовой доле вольфрама от 0,1 до 1,0%).

Стандарт соответствует СТ СЭВ 2866—81 в части фотометрического роданидного метода определения вольфрама.

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 № 016 по ГОСТ 6613—73.

2а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2а.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в солянокислой среде окрашенного в зеленовато-желтый цвет комплексного соединения пятивалентного вольфрама с роданистым аммонием в присутствии восстановителя треххлористого титана. Влияние молибдена устраняют отделением его сернистым натрием. Оптическую плотность раствора

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

* *Переиздание август 1984 г с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 3—84).*

© Издательство стандартов, 1985

измеряют на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 350 до 450 нм.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и 2 : 1.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Натрия перекись.

Натрий сернистый (натрий сульфид) по ГОСТ 2053—77, 30%-ный раствор.

Аммоний роданистый, 25%-ный раствор.

Титан треххлористый по ГОСТ 311—78, 15%-ный раствор.

Титана треххлористого солянокислый раствор; 10 см³ раствора треххлористого титана разбавляют до объема 100 см³ соляной кислотой (1 : 1), перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5%-ный раствор.

Натрий молибденовокислый двуводный по ГОСТ 10931—74 и раствор: 12,60 г молибденовокислого натрия растворяют в 500 см³ раствора гидроокиси натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация молибдена в растворе равна 0,005 г/см³.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289—78.

Стандартный раствор вольфрамовокислого натрия: 0,7178 г вольфрамовокислого натрия растворяют в 100 см³ раствора гидроокиси натрия. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе равна 0,0004 г/см³. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,5 г помещают в железный тигель, содержащий 4 г перекиси натрия. Перемешивают и прибавляют сверху еще 2 г перекиси натрия. Тигель с содержимым нагревают на горячей плите, затем помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (750±20)°С. Плав в жидком состоянии перемешивают вращательным движением тигля и выдерживают при той же температуре в течение 3—4 мин. По окончании сплавления тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, прибавляют 150 см³ холодной воды и выщелачивают при нагревании, накрыв стакан часовым стеклом. Раствор

кипятят до полного разрушения перекиси натрия, тигель вынимают и ополаскивают водой. Охлажденный раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Осадку дают отстояться, раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. От полученного раствора отбирают аликвотную часть 100 см³, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 2 г винной кислоты, 25 см³ серной кислоты (1 : 1), 60 см³ воды, нагревают до кипения и осаждают молибден в виде сульфида 50 см³ раствора сернистого натрия, прибавляя последний небольшими порциями при перемешивании. Раствор нагревают до кипения и кипятят в течение 20 мин.

Осадок сульфида молибдена отфильтровывают на вату с добавлением небольшого количества фильтробумажной массы и собирают фильтрат в коническую колбу вместимостью 500 см³.

Осадок на фильтре промывают 4—5 раз холодной водой и отбрасывают, фильтрат проверяют на полноту осаждения молибдена. Для этого к полученному фильтрату прибавляют 1 г винной кислоты, нагревают раствор до кипения, прибавляют 15 см³ раствора сернистого натрия и кипятят в течение 10—15 мин. Раствор с осадком охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Аликвотную часть раствора 20 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2,5 см³ раствора роданистого аммония, перемешивают, прибавляют 25 см³ соляной кислоты (2 : 1) и вновь перемешивают, прибавляют по каплям солянокислый раствор треххлористого титана до появления желтовато-зеленой окраски и после этого добавляют еще 1—2 капли того же раствора. Раствор в мерной колбе разбавляют соляной кислотой (2 : 1) до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 350 до 450 нм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Для учета влияния молибдена на определение вольфрама в контрольный опыт вводят молибден: в железный тигель помещают 0,75 г молибденовокислого натрия, 6 г перекиси натрия, перемешивают, сплавляют при температуре (750±20)°С и проводят анализ как указано выше. Массу вольфрама находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.2. Для построения градуировочного графика при определении вольфрама от 0,1 до 0,5% в шесть конических колб вместимостью по 250 см³ помещают по 80 см³ воды, 25 см³ раствора молибденовокислого натрия. В пять колб последовательно приливают

0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора вольфрама, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,0010 г вольфрама.

Во все шесть колб прибавляют по 2 г винной кислоты, 25 см³ серной кислоты (1 : 1), 60 см³ воды, нагревают до кипения и осаждают молибден 50 см³ раствора сернистого натрия, прибавляя его небольшими порциями при перемешивании. Раствор нагревают до кипения и кипятят в течение 20 мин.

Далее анализ проводят как указано в п. 3.1.

Раствор шестой колбы, содержащий все применяемые при построении градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит для проведения контрольного опыта.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим количествам вольфрама строят градуировочный график.

3.3. Для построения градуировочного графика при определении вольфрама свыше 0,5 до 1,6% в одиннадцать колб вместимостью по 250 см³ помещают по 80 см³ воды, 25 см³ раствора молибденовокислого натрия. В десять колб последовательно приливают 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см³ стандартного раствора вольфрама, что соответствует 0,0008; 0,0010; 0,0012; 0,0014; 0,0016; 0,0018; 0,0020; 0,0024; 0,0028; 0,0032 г вольфрама. Во все одиннадцать колб прибавляют по 2 г винной кислоты, 25 см³ серной кислоты (1 : 1), 60 см³ воды, нагревают до кипения и осаждают молибден 50 см³ раствора сернистого натрия, прибавляя его небольшими порциями при перемешивании. Раствор нагревают до кипения и кипятят в течение 20 мин.

Далее анализ проводят как указано в п. 3.1.

Раствор одиннадцатой колбы, содержащий все применяемые при построении градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит для проведения контрольного опыта.

Градуировочный график строят по найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им количествам вольфрама.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса вольфрама, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4 2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля вольфрама, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,1 до 0,25	0,03
Св 0,25 » 0,5	0,05
» 0,5 » 1,0	0,07
» 1,0 » 1,6	0,10

5. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

5 1 Сущность метода

Экстракционно-фотометрический метод основан на образовании в солянокислой среде окрашенного в зеленовато-желтый цвет роданистого комплекса пятивалентного вольфрама с триметилцетиламмонием (или с цетилпиридинием).

Для устранения влияния железа и молибдена, а также для восстановления вольфрама, в раствор прибавляют треххлористый титан и хлористое олово.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 350 до 450 нм.

5 2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями

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

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, 10%-ный раствор: 10 г хлористого олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты при слабом нагревании

Титан треххлористый по ГОСТ 311—78.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, 20%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 10%-ный раствор.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289—78

Стандартный раствор вольфрамовокислого натрия: 0,4485 г вольфрамовокислого натрия растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 25 см³ раствора гидроокиси натрия, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой, перемешивают.

Массовая концентрация вольфрама в растворе равна 0,0005 г/см³. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Триметилцетиламмоний бромистый с молярной концентрацией раствора 0,01 моль/дм³ : 0,365 г триметилцетиламмония растворяют в 100 см³ воды при слабом нагревании или N-цетилпиридиний хлористый с молярной концентрацией раствора 0,01 моль/дм³: 0,358 г цетилпиридиния растворяют в 100 см³ воды без нагревания.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74, 0,065%-ный раствор в хлороформе : 0,65 г гидрохинона растворяют при перемешивании в 80 см³ этилового спирта, прибавляют 920 см³ хлороформа и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,50 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 20 см³ соляной кислоты, 1 см³ азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески. Прибавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5 см³ ортофосфорной кислоты и дважды выпаривают до паров серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности, отбрасывая первые порции фильтрата.

Одновременно с проведением анализа, в тех же условиях, проводят контрольный опыт.

5.3.2. В зависимости от массовой доли вольфрама отбирают равные аликвотные части анализируемой пробы и контрольного опыта, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля вольфрама, %	Объем аликвотной части раствора, см³
0,5 и менее	10
Св. 0,5 до 1,0	5

Отобранные аликвотные части раствора помещают в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют 20 см³ соляной кислоты, 15 см³ раствора хлористого олова и 1,0 см³ раствора треххлористого титана. Раствор кипятят в течение 5 мин, охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 100—200 см³, смывая стенки стакана 10 см³ разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. К раствору в делительной воронке прибавляют 1 см³ раствора триметилцетиламмония бромистого (или цетилпиридиния хлористого) и 2 см³ раствора роданистого калия.

Экстрагируют ионный ассоциат в течение 1 мин, прибавляя точно 25 см³ хлороформа, содержащего гидрохинон. Экстракт фильтруют через слой ваты в кювету и измеряют оптическую

плотность экстракта на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 350 до 450 нм, используя в качестве раствора сравнения хлороформ.

Оптическую плотность контрольного опыта вычитают из оптической плотности анализируемого раствора.

5.3.3. Для построения градуировочного графика в пять из шести конических колб вместимостью по 250 см³ последовательно приливают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора вольфрамовокислого натрия.

Во все шесть колб приливают по 20 см³ соляной кислоты, по 1 см³ азотной кислоты, по 10 см³ разбавленной 1 : 1 серной кислоты, по 5 см³ ортофосфорной кислоты и дважды выпаривают до паров серной кислоты.

Растворы охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью по 250 см³, разбавляют до метки водой, перемешивают и фильтруют.

Аликвотные части раствора по 10 см³ помещают в стаканы, прибавляют по 20 см³ соляной кислоты, по 15 см³ раствора хлористого олова и далее поступают, как указано в п. 5.3.2.

Раствор шестой колбы, содержащий все применяемые при построении градуировочного графика реактивы, кроме стандартного раствора, служит для проведения контрольного опыта. Оптическую плотность контрольного опыта вычитают из оптической плотности градуировочного графика.

В качестве раствора сравнения применяют хлороформ, содержащий гидрохинон.

Градуировочный график строят по найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им количествам вольфрама.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю вольфрама (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса вольфрама, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 13151.2—82 Ферромолибден. Методы определения вольфрама
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 01.06.87 № 1785

Дата введения 01.01.88

Раздел 2. Заменить слова: «30 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 300 г/дм³»; «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³»; «15 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 150 г/дм³»; «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³»;

Пункт 5.2. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³»; «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³»; «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³»; «0,965 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 9,65 г/дм³»;

(Продолжение см. с. 78)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13151.2—82)

последний абзац. Заменить ссылку: «по ГОСТ 5962—67» на «технический по ГОСТ 18300—72»

Пункты 4.2, 5.4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1».

(ИУС № 9 1987 г.)

Группа В19

Изменение № 3 ГОСТ 13151.2—82 Ферромолибден. Методы определения вольфрама

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (отчет Технического секретариата № 2 от 15.04.94)

Дата введения 1995—07—01

Под обозначением стандарта исключить обозначение **(СТ СЭВ 2866—81).**

Вводная часть Последний абзац исключить

Раздел 1 Заменить ссылки ГОСТ 13020 0—75 на ГОСТ 28473—90, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 26201—84.

Раздел 2 Исключить ссылку ГОСТ 311—78

Пункт 4 2 и таблицу 1 изложить в новой редакции «4 2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли вольфрама приведены в табл 1

(Продолжение см с 22)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 13151 2—82)

Таблица 1

Массовая доля вольфрама, %	Погрешность результатов анализа Δ %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
Св 0,2 » 0,5 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
» 0,5 » 1,0 »	0,07	0,08	0,07	0,08	0,04
» 1,0 » 1,6 »	0,09	0,12	0,10	0,12	0,06

Пункт 5 2 Исключить ссылки ГОСТ 36—78, ГОСТ 311—78, заменить ссылки ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87, ГОСТ 20015—77 на ГОСТ 20015—88

Пункт 5 4 2 изложить в новой редакции «5 4 2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли вольфрама приведены в табл 1».

(ИУС № 3 1995 г)

gost.e-ecolog.ru