

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**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.



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°C 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°C 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°C, а затем тигель помещают в муфель, нагретый до температуры 650—700°C 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°C 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 раз 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°C 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 раз 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°C. После охлаждения в тигель с осадком добавляют несколько капель серной кислоты, сушат и прокаливают при температуре от 750 и 800°C 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°C 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 реагентов до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса тигля с остатком контрольного опыта на загрязнение реагентов 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 01.01.89

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.)