



чел. 1, 2

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КИСЛОТА ВОЛЬФРАМОВАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 2197—78

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

КИСЛОТА ВОЛЬФРАМОВАЯ

Технические условия

Tungstic acid.
Specifications

ГОСТ

2197-78*

Взамен
ГОСТ 2197-43

ОКП 17 4214

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 мая 1978 г. № 1301 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 27.02.84 № 617
срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовую кислоту, предназначенную для производства проволоки, прутков и других целей.

Формула H_2WO_4 .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 249,86.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей и первой категорий качества.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Вольфрамовая кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям вольфрамовая кислота должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (май 1985 г.) с Изменением № 1,
утвержденным в феврале 1984 г. (ИУС 6—84)

© Издательство стандартов, 1985

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для сорта	
	первого	второго
	Высшая категория качества	Первая категория качества
ОКП 17 4214 0002		ОКП 17 4214 0003
1. Внешний вид		
2. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,004	0,005
3. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,002	0,006
4. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,006	0,01
5. Массовая доля молибдена (Mo), %, не более	0,02	0,02
6. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,01	0,02
7. Массовая доля фосфора (P), %, не более	0,005	0,01
8. Массовая доля серы (S), %, не более	0,005	0,02
9. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,02	0,03
10. Массовая доля кремния (Si), %, не более	0,005	0,01
11. Массовая доля калия (K), %, не более	0,01	0,01
12. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,005	Не нормируется
13. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,002	То же
14. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,004	>
15. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,002	>
16. Массовая доля углерода (C), %, не более	0,05	>
17. Массовая доля хлора (Cl), %, не более	0,25	Не нормируется
18. Потери массы при прокаливании, %	7—15	7—15

Примечания:

1. Допускается по соглашению с потребителем выпускать вольфрамовую кислоту 2-го сорта с массовой долей молибдена не более 0,05%.

2. (Изменено, Изм. № 1).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Вольфрамовая кислота по степени воздействия на организм человека согласно ГОСТ 12.1.007—76 относится к веществам 3-го класса опасности.

1а.2. При работе вольфрамовая кислота может поступать в организм человека через органы дыхания, вызывая изменения в легких, желудочно-кишечный тракт и поврежденную кожу.

Через неповрежденную кожу вольфрамовая кислота не проникает, усиленный рост тканей не вызывает.

1а.3. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны производственных помещений должны соответствовать ГОСТ 12.1.005—76 и ГОСТ 12.1.016—79. Предельно допустимая концентрация пыли вольфрамовой кислоты (в пересчете на вольфрам) в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) по ГОСТ 12.1.005—76—6 мг/м³.

Контроль за содержанием аэрозолей вольфрамовой кислоты в воздухе рабочей зоны производственных помещений должен осуществляться в соответствии с ГОСТ 12.1.007—76.

Содержание аэрозолей вольфрамовой кислоты в воздухе рабочей зоны производственных помещений определяют методами, утвержденными Министерством здравоохранения СССР.

1а.4. Предельно допустимая концентрация вольфрама (W^{6+}) в питьевой воде по ГОСТ 2874—82—0,1 мг/дм³. Анализ питьевой воды на содержание вольфрама (W^{6+}) должен производиться по ГОСТ 18308—72.

1а.5. Утилизация, обезвреживание и уничтожение вольфрамовой кислоты производится в соответствии с документацией, утвержденной в установленном порядке и согласованной с санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения СССР.

1а.6. Вольфрамовая кислота мало растворима в воде (0,02 г/дм³) и минеральных кислотах.

В воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ или факторов вольфрамовая кислота токсичных веществ не образует.

1а.7. Вольфрамовая кислота в соответствии с ГОСТ 12.1.017—80 пожаровзрывобезопасна.

1а.8. Производственные помещения, в которых производится работа с вольфрамовой кислотой, включая отбор, приготовление и испытание проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021—75, обеспечивающей состояние воздушной среды в соответствии с ГОСТ 12.1.005—76.

Пересыпание вольфрамовой кислоты должно осуществляться вакуум-транспортом или под вытяжным зонтом.

1а.9. Работающие с вольфрамовой кислотой должны быть обеспечены индивидуальными средствами защиты по нормам выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств защиты, утвержденным в установленном порядке.

Для защиты органов дыхания должен применяться респиратор типа «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028—76.

1а.10. Уборка складских и производственных помещений должна производиться влажным способом.

1а.11. Требования безопасности при погрузочно-разгрузочных работах — по ГОСТ 12.3.009—76.

Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Вольфрамовую кислоту принимают партиями. Партией считаются количество продукта, однородного по своим показателям качества, одновременно перемешанного в смесителе и оформленное одним документом о качестве, содержащим:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование и сорт продукта;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто партии;
- количество мест в поставляемой партии;
- результаты проведенных анализов;
- обозначение настоящего стандарта;
- штамп технического контроля.

Масса партии вольфрамовой кислоты должна быть не менее 500 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Для контроля качества вольфрамовой кислоты на соответствие ее показателей требованиям настоящего стандарта от каждой партии отбирают выборку соответственно табл. 2.

Таблица 2

Количество единиц продукции в партии, шт.	Объем выборки, шт.
От 6 до 15	5
> 16 > 35	7
> 36 > 60	8
> 61 > 99	9
> 100 > 149	10

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят по нему повторный анализ на удвоенной выборке.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Из каждой отобранный по п. 2.2 единицы упаковки шумом отбирают разовые пробы, опуская его в центр каждой емкости на всю глубину.

3.1.2. Отобранные разовые пробы соединяют в общую пробу, тщательно перемешивают и сокращают методом квартования до средней пробы массой не менее 200 г.

3.1.3. Среднюю пробу хранят в стеклянной банке с притертой пробкой, залитой парафином, или в запаянном пакете из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354-82.

На этикетку, наклеенную на банку, или на пакет, несмываемыми чернилами наносят следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя;

наименование продукта;

номер партии;

дату отбора пробы.

3.2. Внешний вид продукта определяют визуально.

3.3. Массовые доли железа, алюминия, кальция, молибдена, мышьяка, кремния, магния, никеля, цинка и меди определяются по ГОСТ 14339.5-82, натрия и калия — по ГОСТ 14339.5-82, разд. 6.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Массовую долю фосфора определяют по ГОСТ 14339.3-82.

3.5. Массовую долю серы определяют по ГОСТ 14339.2-82.

3.6. Массовую долю углерода определяют по ГОСТ 14339.1-82.

3.7. Определение массовой доли хлора

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические типа ВЛА-200М или другие аналогичного типа.

Датчик активности водородных ионов (рН-метр) pH-340 по ГОСТ 16288-78 или любой другой аналогичного типа или ионометр любой марки.

Электрод хлорный ионоселективный любой марки с функцией на РС1.

Для анализа применяют любую химическую посуду, метрологические характеристики которой не уступают указанным в соответствующих стандартах на методы анализа.

Электрод сравнения ЭВЛ-1 МЗ.

Магнитная мешалка марки ММ-3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, 20%-ный водный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77, образцовый раствор хлористого натрия, содержащий 1 мг хлора в 1 мл, готовят следующим образом: навеску массой 1,6420 г хлористого натрия растворяют в воде, полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Раствор ацетатный буферный с pH-5,8.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.2. Подготовка к анализу

3.7.2.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 мл вводят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл стандартного раствора хлористого натрия, 1 мл

20%-ного раствора гидроокиси натрия, 10 мл ацетатного буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

За 30 мин до начала работы включают прибор милливольтметр pH-340 поворотом ручки «Сеть» по часовой стрелке, при этом на передней панели прибора загорается сигнальная лампочка. Ручки переключения «Род работы» и «Размах» устанавливают соответственно в положение «mV» и 300. Ручку «Пределы измерения» устанавливают в положение 2—5, а переключатель «Температура раствора» на значение температуры контролируемого раствора (20°C).

После перемешивания, анализируемый раствор переносят в стакан вместимостью 100 мл, который ставят на магнитную мешалку, опускают в него ионоселективный электрод и одновременно включают мешалку и секундомер. Измеряют электродвижущую силу системы после установления показаний прибора, не изменяющихся в течение 1—2 мин, используя в качестве регистрирующего прибора pH-метр или любой другой прибор аналогичного типа.

Измерив электродвижущую силу стандартных растворов, строят градуировочный график в координатах концентрации хлора в мг/мл — электродвижущая сила в милливольтах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.3. Проведение анализа

Для анализа берут 3 навески вольфрамовой кислоты массой около 0,4 г каждая, извешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в стакан вместимостью 100 мл, добавляют 1 мл 20%-ного раствора гидрата окиси натрия и оставляют стоять до полного растворения кислоты. Полученный раствор (раствор может быть мутным) переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 10 мл ацетатного буферного раствора и доливают водой до метки. Анализируемый раствор переливают в стакан вместимостью 100 мл и проводят измерение электродвижущей силы, как указано в п. 3.7.2.

Определив электродвижущую силу анализируемого раствора по градуировочному графику находят соответствующее содержание хлора.

Хлор-селективный электрод один раз в месяц вымачивают в 0,1 н. растворе соляной кислоты в течение двух часов с последующей промывкой и хранением в дистиллированной воде.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.4. Обработка результатов

Предел определяемых концентраций — не менее $1 \cdot 10^{-3}$.

Массовую долю хлора в вольфрамовой кислоте (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} ,$$

где m — концентрация хлора, найденная по градуировочному графику, мг/мл;

m_1 — масса навески вольфрамовой кислоты, г;

100 — объем анализируемого раствора, мл;

1000 — коэффициент перевода мг в г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, абсолютные допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 3, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Таблица 3

Массовая доля хрома, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,010	- 0,0004
Св. 0,01 до 0,10	0,0035
» 0,10 » 0,25	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8. Определение потерь массы при прокаливании

3.8.1. Проведение анализа

Около 1—2 г вольфрамовой кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи при 800—850°C до постоянной массы.

3.8.2. Обработка результатов

Потери массы при прокаливании (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_2},$$

где m_1 — масса навески вольфрамовой кислоты, г;

m_2 — масса прокаленной пробы вольфрамовой кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5%.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Вольфрамовую кислоту упаковывают в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—82 или мешки из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82 или бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226—75, вложенные в фанерные барабаны типа 1—2 по ГОСТ

9338—80, плотные деревянные ящики № 42, типа II—1 по ГОСТ 18573—78 или картонные барабаны типа III по ГОСТ 17065—77.

Мешки должны быть плотно завязаны или заварены.

Масса нетто одного упаковочного места не должна быть более 40 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Транспортная маркировка по ГОСТ 14192—77 с налесени-
ем несмываемой краской следующих дополнительных обозначений:

наименования предприятия-изготовителя или наименования
предприятия-изготовителя и его товарного знака;

наименования и сорта продукта;

номера партии;

даты изготовления;

обозначения настоящего стандарта;

номера места.

Допускается наклеивать на тару этикетку с вышеуказанными
обозначениями.

Такую же этикетку вкладывают внутрь каждого упаковочного
места.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. (Исключен, Изм. № 1).

4.4. Вольфрамовую кислоту транспортируют железнодорожным
и автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах
в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на
транспорте данного вида.

Фанерные или картонные барабаны и деревянные ящики, вло-
женные в контейнеры типа УУК по ГОСТ 20435—75 и типа УУК-5
по ГОСТ 15102—75, транспортируют автомобильным транспортом
и открытым подвижным составом.

При малых партиях допускается мелкая отправка.

Размещение контейнеров на открытом подвижном составе дол-
жно осуществляться в соответствии с правилами погрузки и кре-
пления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения
СССР.

Укрупнение фанерных или картонных барабанов и деревянных
ящиков в транспортные пакеты должно производиться в соответст-
вии с требованиями ГОСТ 21929—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5. Вольфрамовую кислоту хранят в упакованном виде в за-
крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие вольфра-
мовой кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюде-
нии условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Гарантийный срок хранения продукта — три месяца со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 1).

Редактор *С. И. Бобарыкин*
Технический редактор *В. И. Тушев*
Корректор *Л. В. Сницарчук*

Сдано в наб. 25.03.85 Подп. в печ. 06.07.85 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,57 уч.-изд. л.
Тираж 8000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14, Зак. 1666

Изменение № 2 ГОСТ 2197—78 Кислота вольфрамовая. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.06.89 № 1853

Дата введения 01.12.89

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 249,86»; четвертый абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблицу 1 изложить в новой редакции: (см. с. 154)

Пункт 1а.3. Исключить ссылку ГОСТ 12.1.016—79.

Пункты 1а.3, 1а.8. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.007—76 на ГОСТ 12.1.005—88.

Пункт 1а.7 изложить в новой редакции «1а.7. Вольфрамовая кислота пожаровзрывобезопасна».

Пункт 2.1. Третий абзац. Исключить слова: «и сорт».

Пункт 3.1.3 изложить в новой редакции: «3.1.3. Среднюю пробу хранят в запаянном или прочно завязанном пакете из полистиленовой пленки по ГОСТ 10354—82».

Пункт 3.7.4. Таблица 3. Головка. Заменить слово: «хрома» на «хлора».

Пункт 3.7 дополнить абзацами: «Допускается применение других методов анализа для определения хлора, погрешность которых не превышает погрешности метода, основанного на применении хлор-селективных электродов.

При разногласиях в оценке качества определение проводят методом, изложенным в стандарте»

(Продолжение см. с. 154)

Таблица 1

Наименование показателя	Норма
	ОКП 17 4214 0002
1. Внешний вид	Рассыпчатый порошок желтого или зеленовато-желтого цвета, не содержащий комков и механических примесей
2. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,004
3. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,002
4. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,006
5. Массовая доля молибдена (Mo), %, не более	0,02
6. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,01
7. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,02
8. Массовая доля кремния (Si), %, не более	0,005
9. Массовая доля калия (K), %, не более	0,01
10. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,002
11. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,002
12. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,002
13. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,002
14. Массовая доля фосфора (P), %, не более	0,005
15. Массовая доля серы (S), %, не более	0,005
16. Массовая доля углерода (C), %, не более	0,05
17. Массовая доля хлора (Cl), %, не более	0,25
18. Потеря массы при прокаливании, %	7-15

(Продолжение см. с. 155)

Приложения:

1. Нормы для показателей 2—13 указаны в расчете на металлический вольфрам.

2. Допускается по согласованию с потребителем вольфрамовая кислота с массовой долей железа не более 0,005 %.

Пункт 4.1 изложить в новой редакции: «4.1. Вольфрамовую кислоту упаковывают в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78 или мешки из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82, вложенные в фанерные барабаны типа I—2 по ГОСТ 9338—80, или плотные деревянные ящики № 17—1 типа II—1 по ГОСТ 18573—86, или картонные барабаны типа III по ГОСТ 17065—77, или полипропиленовые мешки. Полиэтиленовые мешки должны быть завязаны, полипропиленовые — зашты.

(Продолжение см. с. 156)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2197—78)

Масса нетто одного грузового места не должна быть более 40 кг».

Пункт 4.2. Третий абзац. Исключить слова: «и сорта»;

дополнить абзацем (после седьмого): «знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9143)»;

заменить слово «этикетка» на «ярлык» (2 раза).

Пункт 4.4. Третий абзац дополнить словами: «в деревянных ящиках по п. 4.1»;

четвертый абзац. Заменить слово: «правилами» на «техническими условиями»;

пятый абзац после слов «деревянных ящиков» дополнить словами: «полиэтиленовых мешков»; дополнить ссылкой: «по ГОСТ 26663—85».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Гарантийный срок хранения продукта — 6 мес со дня изготовления».

(ИУС № 10 1989 г.)