

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения вольфрама

Hard-facing materials.
Method of tungsten determinationГОСТ
11930.10-79*

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262
срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения вольфрама (при массовой доле вольфрама от 0,2 до 11,0%) в наплавочных материалах.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения вольфрама с роданидом в кислой среде в присутствии восстановителя.

Сопутствующие компоненты отделяют осаждением гидроокисью натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 11930.0-79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы аналитические типов АДВ-200, ВЛА-200М или любого другого типа, обеспечивающие взвешивание с погрешностью не более 0,0002 г.

Фотоколориметры типов ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3-85).



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

Аммоний роданистый, 50%-ный раствор.

Титан треххлористый, раствор; готовят следующим образом: 1 см³ 15%-ного раствора треххлористого титана разбавляют 24 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1 (раствор хранить не более 2 сут).

Калий пиросерноокислый по ГОСТ 7172—76.

Вольфрамовый ангидрид.

Раствор вольфрама стандартный; готовят следующим образом: 0,1261 г вольфрамового ангидрида растворяют при нагревании в 100 см³ 20%-ного раствора гидроокиси натрия, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают

1 см³ стандартного раствора содержит 0,0001 г вольфрама.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,5 г (при массовой доле вольфрама 0,2—0,4%) растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 1—2 см³ азотной кислоты и дважды выпаривают до паров серного ангидрида. Охлажденный раствор разбавляют водой, нейтрализуют раствором щелочи и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 20 см³ горячего (70—80°C) 20%-ного раствора щелочи, разбавляют водой до метки и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр в сухой стакан. Отбирают 5—20 см³ фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 см³. Приливают 1 см³ 50%-ного раствора роданистого аммония, 15 см³ соляной кислоты и 1 см³ раствора треххлористого титана. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Раствор разбавляют водой до метки и снова перемешивают. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром ($\lambda=434$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Содержание вольфрама в граммах находят по градуировочному графику.

3.2. Навеску пробы массой 0,1 г (при массовой доле вольфрама от 4 до 11%) растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 1—2 см³ азотной кислоты. Раствор дважды выпаривают до слабых паров серной кислоты. Если навеска не растворилась полностью, то ее сплавляют с пиросульфатом калия.

Анализируемый раствор нейтрализуют по конго 20%-ным раствором гидроокиси натрия и переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, содержащую 30 см³ горячего 20%-ного раствора

гидроокиси натрия, затем охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают в сухой стакан и отбирают аликвотную часть (5—10 см³) в мерную колбу вместимостью 50 см³. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см³ помещают 1, 2, 3, и 4 см³ стандартного раствора вольфрама, разбавляют до 20 см³ водой и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot 100V}{V_1 m_1}$$

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

V — разбавление анализируемого раствора, см³;

V_1 — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля вольфрама, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,2 до 0,4	0,02
Св. 4,0 до 5,0	0,05
» 5,0 » 11,0	0,10

«Измененная редакция, Изм. № 1)»

Изменение № 2 ГОСТ 11930.10—79 Материалы наплавочные. Метод определения вольфрама

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3905

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Заменить значение: «от 0,2 до 11 %» на «от 0,2 до 15 %».

Раздел 2. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %» (2 раза); «15%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 15 %»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Аммоний или калий роданистый, раствор с массовой долей 50 %».

Пункт 3.1. Заменить слова: «20%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 20 %», «15%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 15 %».

Пункт 3.2. Второй абзац. Заменить слова и значение: «20%-ным раствором» на «раствором с массовой долей 20 %» (2 раза), 200 см³ на 250 см³.

(Продолжение см. с. 52)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11930.10—79)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля вольфрама, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,20 до 0,40 включ.	0,02	0,03
Св. 4,00 » 5,00 »	0,05	0,10
» 5,00 » 11,00 »	0,10	0,20
» 11,00 » 15,00 »	0,25	0,30

(ИУС № 3 1990 г.)