



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР**

---

**ФЕРРОВОЛЬФРАМ**

**МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО  
АНАЛИЗОВ**

**ГОСТ 14638.6–84, ГОСТ 14638.8–84,  
ГОСТ 14638.9–84,  
ГОСТ 14638.11–84 –ГОСТ 14638.15–84  
(СТ СЭВ 4198–83, СТ СЭВ 4082–83,  
СТ СЭВ 4043–83, СТ СЭВ 4083–83,  
СТ СЭВ 4042–83, СТ СЭВ 4044–83,  
СТ СЭВ 4085–83, СТ СЭВ 4084–83)**

**Издание официальное**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва**

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

## ФЕРРОВОЛЬФРАМ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО  
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 14638.6—84, ГОСТ 14638.8—84,  
ГОСТ 14638.9—84

ГОСТ 14638.11-84—ГОСТ 14638.15-84  
(СТ СЭВ 4198—83, СТ СЭВ 4082—83,  
СТ СЭВ 4043—83, СТ СЭВ 4083—83,  
СТ СЭВ 4042—83, СТ СЭВ 4044—83)

Издание официальное

Москва—1984

**РАЗРАБОТАНЫ Министерством черной металлургии СССР**

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

**Н. П. Поздеев, канд. техн. наук; Н. А. Чирков, канд. техн. наук; В. Л. Зуева;  
Е. М. Познякова; П. Ф. Агафонов; Л. М. Клейнер; Г. И. Гусева**

**ВНЕСЕНЫ Министерством черной металлургии СССР**

Член Коллегии **В. Г. Антипин**

**УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 мая 1984 г.  
№ 1698, 1699, 1700**

**ФЕРРОВОЛЬФРАМ**

Метод определения алюминия

Ferrotungsten.  
Method for determination of aluminium  
content**ГОСТ****14638.6—84****(СТ СЭВ 4198—83)**Взамен  
ГОСТ 14638.6—69

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 мая 1984 г. № 1698 срок действия установлен

с 01.07.85  
до 01.07.90**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает комплексометрический метод определения в ферровольфраме массовой доли общего алюминия в диапазоне от 0,5 до 6,0%.

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с трилоном Б, избыток которого титруют раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Мешающие определению элементы отделяют: вольфрам — при помощи кислого гидролиза в виде вольфрамовой кислоты, железо и марганец — осаждением щелочью.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4198—83.

**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 № 16 по ГОСТ 6613—73.

**2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 100.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 5.

Желатин по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный, 0,5%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111—74, раствор: 7,5 г азотнокислого железа растворяют в 80 см<sup>3</sup> воды с добавлением 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 37 и 1%-ные растворы.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, 25%-ный раствор; готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Буферный раствор с рН 5,5—5,8 : 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды, добавляют 30 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и перемешивают; рН раствора контролируют.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—79, 5%-ный раствор.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 1,000 г алюминия растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1), приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты. Затем раствор охлаждают, приливают 200 см<sup>3</sup> воды, растворяют соли и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, после чего доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в растворе равна 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Цинк, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 1,6350 г цинка растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1), приливают несколько капель азотной кислоты, выпаривают раствор до сиропообразного состояния, приливают 100 см<sup>3</sup> воды и растворяют соли при нагревании, после чего добавляют 25 см<sup>3</sup> буферного раствора, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Натрий вольфрамвокислый 2-водный по ГОСТ 18289—78, 9%-ный раствор: 45 г вольфрамвокислого натрия растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды и фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Фильтр промывают 3—4 раза водой и отбрасывают. В мерную колбу приливают 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, доливают до метки водой и перемешивают; хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Ксиленоловый оранжевый.

Смесь индикаторная: 0,1 г ксиленолового оранжевого растирают с 10 г хлористого натрия.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 9,3 г трилона Б растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Массовую концентрацию трилона Б определяют по стандартному раствору алюминия.

Для этого в три платиновые чашки помещают стандартный раствор алюминия в количестве 5 см<sup>3</sup> на каждый процент содержания алюминия в пробе. Затем добавляют раствор вольфрамовокислого натрия в количестве 1 см<sup>3</sup> на каждые 10% вольфрама в пробе, раствор азотнокислого железа в количестве 5 см<sup>3</sup> на каждые 10% железа в пробе, по 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной и азотной кислот и выпаривают раствор досуха. К сухому остатку приливают по 15 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты и выпаривают до полного удаления паров серной кислоты. Стенки чашки ополаскивают небольшим количеством воды и снова выпаривают досуха. Далее анализ ведут как указано в разд. 3.

Массовую концентрацию раствора трилона Б ( $T$ ) по алюминию, выраженную в г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$T = \frac{V \cdot C_1}{V_1 - V_2 \cdot K},$$

где  $V$  — объем стандартного раствора алюминия, взятый для определения массовой концентрации трилона Б, см<sup>3</sup>;

$C_1$  — концентрация алюминия в стандартном растворе, г/см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора трилона Б, добавленный к стандартному раствору алюминия, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между растворами трилона Б и цинка.

Определяют соотношение между растворами трилона Б и цинка: к 200 см<sup>3</sup> щелочного раствора контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа и помещенного в коническую колбу, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 20 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, нейтрализуют раствор по фенолфталеину соляной кислотой (1:1), приливают 15 см<sup>3</sup> буферного раствора, 20 см<sup>3</sup> раствора виннокислого аммония и кипятят 3—4 мин. Затем раствор охлаждают, добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси и титруют раствором цинка до перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную.

Соотношение между растворами трилона Б и цинка ( $K$ ) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_3}{V_4},$$

где  $V_3$  — объем раствора трилона Б, добавленный в раствор контрольного опыта,  $\text{см}^3$ ;

$V_4$  — объем раствора цинка, израсходованный на титрование раствора трилона Б,  $\text{см}^3$ .

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску ферровольфрама массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 10  $\text{см}^3$  фтористоводородной кислоты, а затем по каплям азотную кислоту до прекращения растворения навески и еще 10  $\text{см}^3$  в избыток азотной кислоты. Чашку с раствором помещают на плиту и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 15  $\text{см}^3$  разбавленной серной кислоты и выпаривают раствор до удаления паров серной кислоты. Стенки чашки обмывают небольшим количеством воды и снова выпаривают досуха. Затем в чашку приливают 40  $\text{см}^3$  соляной кислоты (1 : 1), растворяют соли при нагревании в течение 10 мин и переносят содержимое чашки в стакан вместимостью 300  $\text{см}^3$ . Остаток вольфрамовой кислоты, приставший к стенкам чашки, растворяют в 10—15 каплях аммиака и присоединяют к основному раствору. После этого к раствору приливают 5  $\text{см}^3$  азотной кислоты, кипятят 10 мин и оставляют на ночь при комнатной температуре. На следующий день к раствору с осадком приливают горячей воды до объема 100—150  $\text{см}^3$ , нагревают содержимое стакана до кипения, прибавляют 10—15  $\text{см}^3$  раствора желатина, хорошо перемешивают и оставляют на 1,5—2 ч при температуре 60—70° С.

Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, на котором находится небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают фильтр с осадком 8—10 раз горячей соляной кислотой (1 : 100).

Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 500  $\text{см}^3$ , выпаривают до объема 10—15  $\text{см}^3$  и сохраняют для определения алюминия.

Осадок вольфрамовой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 750—800° С до полного сгорания фильтра.

В тигель с прокаленным осадком трехокси вольфрама прибавляют 5 г углекислого натрия, хорошо перемешивают и сплавляют при температуре 950—1000° С в течение 20—30 мин. Плав выщелачивают при нагревании в 100  $\text{см}^3$  воды в стакане вмести-

мостью 250—300 см<sup>3</sup>. Тигель вынимают из раствора и обмывают его водой.

К раствору при перемешивании добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина, осторожно приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1) и 50 см<sup>3</sup> 37%-ного раствора хлористого аммония. Раствор должен иметь щелочную реакцию. Если раствор окажется кислым, то в стакан добавляют углекислый натрий в виде соли до щелочной реакции раствора. При этом раствор должен иметь рН 7—8 (по универсальной индикаторной бумаге).

Раствор кипятят 30—40 мин. Выделившийся осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 8—10 раз горячим 1%-ным раствором хлористого аммония. Воронку с осадком помещают в горлышко колбы, в которой находится основной раствор алюминия. Осадок на фильтре растворяют двумя порциями горячей соляной кислоты (1 : 1), приливая ее каждый раз порциями по 10—15 см<sup>3</sup>. Фильтр промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (1 : 100) и отбрасывают. Раствор выпаривают до объема 5—10 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды, нагревают до кипения и затем тонкой струйкой, при перемешивании, переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, в котором находится 40 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроокиси натрия. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть раствора 200 см<sup>3</sup>, при массовой доле алюминия до 3%, или 100 см<sup>3</sup>, при массовой доле алюминия свыше 3%, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают соответственно 10 или 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и из бюретки — 20 или 25 см<sup>3</sup> раствора трилона Б.

Избыток щелочи в присутствии 2—3 капель фенолфталеина нейтрализуют соляной кислотой (1 : 1) до изменения окраски раствора, после чего приливают 15 см<sup>3</sup> буферного раствора, 20 см<sup>3</sup> раствора виннокислого аммония и кипятят 3—4 мин. Затем раствор охлаждают, добавляют 0,1—0,15 г индикаторной смеси и избыток трилона Б титруют раствором цинка до перехода окраски из желтой в малиново-красную.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V_5 - V_6 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где  $V_5$  — объем титрованного раствора трилона Б, добавленного к анализируемому раствору, см<sup>3</sup>;



$V_6$  — объем раствора цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между растворами трилона Б и цинка;

$T$  — массовая концентрация раствора трилона Б по алюминию, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, взятой для титрования, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,5 до 1,0 включ.	0,08
Св. 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0 » 4,0 »	0,15
» 4,0 » 6,0 »	0,20

Группа В19

**Изменение № 1 ГОСТ 14638.6—84 Ферровольфрам. Метод определения алюминия**  
**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета**  
**СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.10.89 № 3261**

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значение: 6,0 % на 7,0 %.

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

*(Продолжение см. с. 66)*

65

*(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.6—84)*

Раздел 2. Заменить слова: «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %»; «37 и 1 %-ные растворы» на «растворы с массовой долей 37 % и 10 %»; «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»; «0,1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»; «9 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 9 %»;

исключить ссылку: ГОСТ 5850—72.

Раздел 3. Первый абзац. Заменить слова: «Чашку с раствором помещают на плиту и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 15 см<sup>3</sup> разбавлен-

*(Продолжение см. с. 67)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.6—84)*

ной серной кислоты и выпаривают раствор до удаления паров серной кислоты» на «Затем приливают 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и нагревают содержимое чашки до паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки чашки небольшим количеством воды и выпаривают досуха»;

шестой абзац. Заменить слова: «37 %-ного раствора хлористого аммония» на «раствора хлористого аммония с массовой долей 37 %»;

седьмой абзац. Заменить слова: «1 %-ным раствором хлористого аммония» на «раствором хлористого аммония с массовой долей 1 %».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли алюминия приведены в таблице.

*(Продолжение см. с. 68)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.6—84)

Т а б л и ц а

Массовая доля алюминия, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,5 до 1,0 включ.	0,06	0,08	0,07	0,08	0,04
Св. 1,0 » 2,0 »	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05
» 2,0 » 5,0 »	0,12	0,15	0,12	0,15	0,08
» 5,0 » 7,0 »	0,16	0,20	0,17	0,20	0,11

(ИУС № 2 1990 г.)