МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.346.3-15:546.41-31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения окиси кальция

ГОСТ 11884.10—78

Tungsten concentrate.
Method of determination of calcium oxide

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты марок КВГ(Т), КВГ(К)-1, КВГ(К)-В, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает объемный метод определения содержания окиси кальция при массовой доле от 0,5 до 10 %.

Метод основан на осаждении кальция в виде оксалата и последующем титровании его перманганатом.

В ходе анализа вольфрам отделяют в виде вольфрамовой кислоты, катионы III и IV групп — в виде сульфидов, применяя в качестве осадителя тиоацетамид.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 11884.15.

1.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляется с помощью стандартного образца состава вольфрамового концентрата ГСО 1883—86П или методом добавок по ГОСТ 25086 одновременно с каждой партией анализируемого материала, а также при замене реактивов, растворов, длительных перерывах в работе и других изменениях, влияющих на ход анализа.

1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1, и раствор с массовой долей 1 % (по объему);

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1, и раствор с массовой долей 5 % (по объему);

аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, растворы с массовой долей 5 и 0,1 %;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773;

аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1;

натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839;

метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %;

аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 0,1 %;

тиоацетамид, 2 %-ный раствор, приготовленный следующим образом: 2 г тиоацетамида растворяют в небольшом количестве воды и доливают водой до объема 100 $см^3$;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации эквивалента 0,02 моль/дм^3.

Установку титра марганцовокислого калия производят следующим образом: навеску щавелевокислого натрия массой 0,1 г помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 воды и перемешивают до полного растворения соли. Затем доливают водой до метки и снова перемешивают. В колбу вместимостью 250 см^3 пипеткой отмеривают 10 см^3 приготовленного раствора, приливают 8 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают раствор водой до объема 80 см^3, нагревают до 70—80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия молярной концентрации эквивалента 0,02 моль/дм^3 до появления неисчезающей в течение 1—2 мин розовой окраски.

Титр раствора марганцовокислого калия (T), выраженные в граммах окиси кальция, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 28 \cdot 10}{V_2 \cdot 67 \cdot 250},$$

где m — масса навески щавелевокислого натрия, г;

28 — эквивалент окиси кальция, г;

V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3;

67 — эквивалент окиси кальция, г;

10 — объем раствора щавелевокислого натрия, взятый на титрование, см^3;

250 — объем разведения, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 70—80 см^3 соляной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают на водяной бане или слое асбеста в течение 2 ч. После этого часовое стекло снимают и обмывают над стаканом небольшим количеством воды. Раствор выпаривают до объема 15—20 см^3, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты и выпаривают содержимое стакана до получения влажного остатка. Выпаривание повторяют еще два раза, прибавляя каждый раз по 5 см^3 азотной кислоты. К влажному остатку приливают 10 см^3 азотной кислоты, 20—25 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают и отфильтровывают осадок вольфрамовой кислоты и нерастворимый остаток на плотный фильтр с небольшим количеством фильтро-бумажной массы. Фильтр с осадком промывают 5—6 раз раствором азотной кислоты с массовой долей 1 % (по объему).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Фильтрат выпаривают досуха, затем трижды выпаривают с небольшим количеством соляной кислоты. К сухому остатку приливают 3—4 см^3 соляной кислоты и 50 см^3 воды, нагревают до растворения солей, охлаждают, добавляют (при непрерывном помешивании) раствор аммиака до появления слабой ртути. Затем добавляют соляную кислоту, разбавленную 1:1, до исчезновения мути и избыток, равный 0,2 объема анализируемого раствора. К полученному кислому раствору добавляют 1—2 капли 30 %-ного раствора перекиси водорода, нагревают до кипения, приливают при помешивании 3—5 см^3 раствора тиоацетамида и разбавляют содержимое колбы приблизительно вдвое водой. Осадок отфильтровывают на фильтр с красной лентой и промывают водой, содержащей хлористый аммоний.

3.3. К фильтрату приливают аммиак до тех пор, пока величина pH раствора не будет равной 9. Нагревают раствор почти до кипения, приливают еще 3—5 см^3 раствора тиоацетамида, закрывают колбу пробкой и оставляют на 10—15 мин в теплом месте. Затем, сняв пробку, раствор кипятят. Осадок отфильтровывают на фильтр с красной лентой, промывают 5—6 раз горячей водой, содержащей азотнокислый аммоний. В горячий фильтрат, слабо подкисленный соляной кислотой, прибавляют 10—12 см^3 5 %-ного раствора щавелевокислого аммония, 2 капли раствора метилового оранжевого и при перемешивании медленно, по каплям прибавляют аммиак, разбавленный 1:1, до изменения окраски раствора и в избыток 20—30 капель.

Раствор нагревают до кипения и оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают на двойной фильтр с синей лентой, промывают 6—8 раз раствором щавелевокислого аммония с массовой долей 0,1 % и многократно холодной водой до полного удаления щавелевой кислоты. Проверку на отсутствие щавелевой кислоты производят следующим образом: в пробирку собирают около 1 см^3 фильтрата и приливают 8—10 капель азотнокислого серебра. При появлении мути прибавляют

2—3 капли азотной кислоты, разбавленной 1:1, если при этом количество мути уменьшится (что указывает на растворение щавелевокислого серебра), промывание холодной водой продолжают.

3.4. Затем осадок растворяют, обрабатывая развернутый фильтр 75—80 $см^3$ горячей 5 %-ной серной кислотой. Раствор нагревают до 70—80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия концентрации эквивалента 0,02 моль/$дм^3$ до появления неисчезающей в течение 1—2 мин розовой окраски. Затем в раствор опускают фильтр и, если окраска раствора исчезает, добавляют еще раствор марганцовокислого калия до вторичного окрашивания раствора в бледно-розовый цвет.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр марганцовокислого калия, выраженный в граммах окиси кальция;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, $см^3$;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости ($d_{вс}$), приведенных в таблице.

Массовая доля окиси кальция, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,50 до 1,00 включ.	0,08	0,10
Св. 1,0 » 2,0 »	0,2	0,3
» 2,0 » 5,0 »	0,3	0,4
» 5,0 » 10,0 »	0,5	0,6

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Ф.М. Мумджи (руководитель темы), **З.С. Септар, И.В. Мартынова, С.А. Балахнина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.78 № 2769**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 11893—66**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 213—83	Вводная часть	ГОСТ 5839—77	2.1
ГОСТ 1277—75	2.1	ГОСТ 10929—76	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 11884.15—82	1.2
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 20490—75	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1	ГОСТ 22867—77	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 25086—87	1.3
ГОСТ 4461—77	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1
ГОСТ 5712—78	2.1		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—84, 4—90)**

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.08.99. Подписано в печать 07.09.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,47.
Тираж 118 экз. С3608. Зак. 734.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru