

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н И Й С Т А Н Д А Р Т

---

# КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КАЛЬЦИЯ

Издание официальное

Б3 1-99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

## КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

## Метод определения окиси кальция

Tungsten concentrate.  
Method of determination of calcium oxide

ОКСТУ 1709

**ГОСТ**  
**11884.10—78**

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<sup>3</sup>;

## С. 2 ГОСТ 11884.10—78

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

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

67 — эквивалент окиси кальция, г;

10 — объем раствора щавелевокислого натрия, взятый на титрование, см<sup>3</sup>;

250 — объем разведения, см<sup>3</sup>.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентратата массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 70—80 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают содержимое стакана до получения влажного остатка. Выпаривание повторяют еще два раза, прибавляя каждый раз по 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты. К влажному остатку приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 20—25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> соляной кислоты и 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> фильтрата и приливают 8—10 капель азотнокислого серебра. При появлении мути прибавляют