

БОКСИТ

Методы определения оксида марганца (II)

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом 99 «Алюминий», Всероссийским алюминиево-магниевым институтом (АО ВАМИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.14—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.14—78

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения ГосстандартаРоссии

БОКСИТ

Методы определения оксида марганца (II)

Bauxite. Methods for determination of manganese oxide (II) content

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения оксида марганца (II) при массовой доле его от 0,1 % до 0,5 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 612—75 Марганец (II) хлористый 4-водный. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4038—79 Никеля (II) хлорид 6-водный. Технические условия
- ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
- ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
- ГОСТ 7172—76 Калий пиросерниокислый. Технические условия
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки
- ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа
- ГОСТ 14657.2—96 (ИСО 6607—85) Боксит. Методы определения диоксида кремния
- ГОСТ 20490—75 Калий марганцевокислый. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Фотометрический метод

Метод основан на окислении марганца перборатом калия (натрия) до марганцевой кислоты в кислой среде при нагревании. Влияние железа устраняют фосфорной кислотой, которая также препятствует образованию пербората и йодата марганца.

- 4.1 Аппаратура, реактивы и растворы
- Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.
- Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1 : 1.
- Кислота азотная по ГОСТ 4461.
- Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Калий йоднокислый (перйодат) или натрий йоднокислый: свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %: 5 г перйодата калия или натрия растворяют в воде при нагревании, приливают 20 см³ азотной кислоты и воды до объема 100 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Вода, не содержащая восстановителей: к 1000 см³ воды приливают 5 см³ раствора серной кислоты, нагревают до кипения, добавляют несколько кристаллов йоднокислого калия или натрия и кипятят 10 мин.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: 0,2228 г марганцевокислого калия растворяют в воде, приливают 20 см³ раствора серной кислоты, нагревают, приливают по каплям раствор пероксида водорода до обесцвечивания и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Остаток после охлаждения растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г оксида марганца (II).

Раствор Б: пипеткой отбирают 25 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г оксида марганца (II).

4.2 П р о в е д е н и е а н а л и з а

4.2.1 Навеску боксита массой 0,1—0,2 г (в зависимости от массовой доли марганца) помещают в платиновую чашку, приливают 2 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают на песчаной бане до влажных солей. Приливают еще раз 5 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. После охлаждения добавляют 3 г пиросернокислого калия и сплавляют при температуре 950 °С до получения прозрачного плава. Плав охлаждают, смачивают 10 см³ раствора серной кислоты, нагревают и переносят содержимое чашки в коническую колбу вместимостью 150 см³, смывают чашку 3—4 раза водой, приливают воды до объема приблизительно 35 см³ и растворяют при нагревании. К горячему раствору приливают 2 см³ азотной кислоты, 3 см³ раствора ортофосфорной кислоты, 10 см³ раствора йоднокислого калия или натрия, кипятят до появления розовой окраски, затем выдерживают 30 мин при температуре, близкой к кипению, поддерживая объем раствора около 40 см³.

После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, предварительно обмытую водой, не содержащей восстановителей, доливают такой же водой до метки и перемешивают.

Раствором сравнения служит вода.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 528 нм.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу оксида марганца (II) по градуировочному графику.

4.2.2 Для построения градуировочного графика в конические колбы вместимостью 150 см³ каждая приливают из микробюретки 0; 2,0; 4,0; 6,0 см³ стандартного раствора Б и 1,0; 3,0; 5,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,0001; 0,0003; 0,0005 г оксида марганца (II). Во все колбы приливают по 10 см³ раствора серной кислоты, воды до объема 35 см³, 2 см³ азотной кислоты, 3 см³ раствора ортофосфорной кислоты, 10 см³ раствора йоднокислого калия или натрия и далее поступают, как указано в 4.2.1.

По оптической плотности анализируемого раствора и известным массам оксида марганца (II) строят градуировочный график.

4.3 О б р а б о т к а р е з у л т а т о в

4.3.1 Массовую долю оксида марганца (II) $X, \%$, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида марганца (II), найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески боксита, г.

4.3.2 Результаты анализа рассчитывают до четвертого и округляют до третьего десятичного знака при массовой доле оксида марганца (II) от 0,010 % до 0,050 % включительно и рассчитывают до третьего и округляют до второго при массовой доле марганца (II) выше 0,05 %.

4.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать значения, указанного в таблице.

Массовая доля оксида марганца (II) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % abs.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,010 до 0,050 включ.	0,005	0,008
Св. 0,05 %	0,01	0,02
» 0,10 %	0,03	0,04

5 Атомно-абсорбционный метод

Метод основан на разложении пробы сплавлением с карбонатом и тетраборатом натрия, выщелачивании плава в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции марганца в пламени воздух — ацетилен при длине волны 279,5 нм.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и источником излучения для марганца.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 : 1.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.

Никеля хлорид по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2 %.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка. Стружку очищают в ацетоне, сушат в сушильном шкафу при температуре 100 °С 3—5 мин и охлаждают в экскаторе.

Раствор алюминия: 1,0 г алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 50 см³ раствора соляной кислоты и 1—2 капли раствора хлористого никеля. После окончания бурной реакции раствор нагревают до полного растворения алюминия, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Смесь для сплавления: смешивают натрий углекислый и натрий тетраборнокислый в соотношении 6 : 1 (по массе).

Раствор-фон: 30 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 600 см³, смачивают водой и осторожно порциями добавляют 200 см³ раствора соляной кислоты. После растворения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доливают водой до метки и перемешивают.

Марганец хлористый по ГОСТ 612.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: 2,7937 г предварительно высушенного при температуре 110 °С хлористого марганца растворяют в стакане вместимостью 250 см³ в 70 см³ воды, добавляя 7 см³ соляной кислоты. После растворения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г оксида марганца (II).

Раствор Б: пипеткой отбирают 25 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г оксида марганца (II).

5.2 Проведение анализа

5.2.1 Для анализа используют раствор пробы, приготовленный по 4.2 ГОСТ 14657.2.

Раствор контрольного опыта готовят по 4.2.1 ГОСТ 14657.2, добавляя в мерную колбу вместимостью 500 см³ 125 см³ раствора алюминия.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени воздух—ацетилен при длине волны 279,5 нм.

Массу оксида марганца находят по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

5.2.2 Для построения градуировочного графика в девять мерных колб вместимостью 250 см³ каждая приливают по 62,5 см³ раствора алюминия, 50 см³ раствора-фона и добавляют из бюретки 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б и 1,0; 1,5; 2,5 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,0000002; 0,0000004; 0,0000006; 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000010 г/см³ оксида марганца (II). Колбы доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в растворах для построения градуировочного графика непосредственно до и после измерения атомной абсорбции марганца в растворе пробы. Из значений атомной абсорбции растворов для построения градуировочного графика вычлиают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор марганца, и по полученным значениям и соответствующим им концентрациям оксида марганца строят градуировочный график.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю оксида марганца (II) $X, \%$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V}{m},$$

где c — концентрация оксида марганца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески боксита, г.

5.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

5.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа — по 4.3.3.