

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Издание официальное

Б3.9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

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

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения марганца

ГОСТ

14048.10-80*

Zinc concentrates.
Method for the determination of manganese

Взамен

ГОСТ 14048.10-71

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.80 № 487 дата введения установлена
01.07.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический метод определения марганца от 0,1 до 2 %.

Метод основан на окислении марганца периодатом калия или надсернокислым аммонием до семивалентного состояния.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 366-65.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329-87.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по стандартизованной и аттестованной методикам, не реже одного раза в квартал, а также при смене реагентов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2-78.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1a. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1a.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363-82 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реагенты, оказывающие вредное воздействие на организм: кислоты, азотистокислый натрий, надсернокислый аммоний, йоднокислый калий. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1991 г. (ИУС 6-91)

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, сероводорода, аэрозолей реагентов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать значений предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005-88; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016-79.

Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор 5 г/дм³.

Калий йоднокислый (периодат калия).

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197-74.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478-75, раствор 200 г/дм³ свежеприготовленный.

Стандартный раствор марганца, содержащий 0,1 мг марганца в 1 см³. Готовят по ГОСТ 4212-76.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентратта массой 0,5000-1,0000 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают 5-6 каплями воды, приливают 15 см³ соляной кислоты и нагревают на песчаной бане 13-15 мин, затем приливают 5 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание до прекращения бурного выделения оксидов азота. Стекло обмывают над стаканом небольшим количеством воды, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 20 см³ воды, нагревают раствор до кипения, фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликовитую часть раствора, содержащую 0,3-0,5 мг марганца, при последующем окислении его периодатом калия, или 0,1-0,3 мг — при окислении надсернокислым аммонием, приливают 3 см³ серной кислоты, 5 см³ фосфорной кислоты и 40-50 см³ воды. Раствор нагревают до кипения, прибавляют 0,3 г периодата калия и продолжают нагревать раствор в течение 8-10 мин. Добавляют 0,2 г периодата калия и нагревают еще 4-5 мин. Охлаждают. Окисление марганца можно проводить, добавляя вместо периодата калия 10 см³ раствора азотнокислого серебра и 10 см³ раствора надсернокислого аммония. Затем раствор кипятят 1-2 мин и охлаждают (при окислении надсернокислым аммонием во всех реактивах должен отсутствовать хлор). Охлажденный раствор в обоих случаях переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Для измерения оптической плотности две одинаковые по длине кюветы наполняют приготовленным раствором. К раствору в одной из них прибавляют кристаллик азотистокислого натрия (для разрушения перманганата). Измеряют оптические плотности окрашенного раствора (D) и бесцветенного азотистокислым натрием (D_1) на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре в области длины волн 520-540 нм в кюветах с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора. Раствором сравнения служит вода. Разница оптических плотностей ($D - D_1$) является светопоглощением исследуемого раствора.

Массовую долю марганца устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести конических колб вместимостью

С. 3 ГОСТ 14048.10—80

по 100 см³ отмеривают 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора марганца. Во все колбы прибавляют 3 см³ серной кислоты и далее продолжают анализ, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям марганца строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса марганца, найденная по градуировочному графику, г;

V — вместимость мерной колбы, см³;

m — масса навески концентраты, г;

V_1 — объем аликовой части раствора, см³.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля марганца, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,10 до 0,30 включ.	0,06	0,08
Св. 0,30 » 0,50 »	0,07	0,09
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,10
» 1,00 » 2,00 »	0,12	0,16

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *В.Н. Конысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 22.04.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,35.
Тираж 121 экз. С2657. Зак. 1018.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138