

## БОКСИТ

Метод определения оксида марганца (II)

Bauxite. Method for the determination  
of manganese oxide (II)

## ГОСТ

14657.14—78

ОКСТУ 1711

Срок действия

с 01.07.79

до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли марганца в пересчете на оксид марганца (II) от 0,01 до 0,5%.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-26, СФ-16 или аналогичные.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 4-го классов точности.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 950°C.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:1.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—73.

Калий йоднокислый (периодат) или натрий йоднокислый; свежеприготовленный раствор с массовой долей 5%, готовят следующим образом: 5 г периода калия или натрия растворяют в воде при нагревании, приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты и воды до объема 100 см<sup>3</sup>.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Вода без восстановителей, готовят следующим образом: к 1000 см<sup>3</sup> воды приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до кипения, добавляют несколько кристаллов йоднокислого калия или натрия и кипятят в течение 10 мин.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 0,2228 г марганцовокислого калия растворяют в воде, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, приливают по каплям перекись водорода до обесцвечивания и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Остаток после охлаждения растворяют в воде, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 мг оксида марганца (II).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску боксита массой 0,1—0,2 г (в зависимости от массовой доли марганца) помещают в платиновую чашку, приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают на песочной бане до влажных солей. Приливают еще раз 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. После охлаждения раствора добавляют 3 г пиросернокислого калия и сплавляют при 950°C до получения прозрачного плава. Плав охлаждают, смачивают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают и переносят содержимое чашки в коническую колбу вместимостью 150 см<sup>3</sup>, смывают чашку 3—4 раза водой, приливают воды до объема 50 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании. К горячему раствору приливают 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 3 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия или натрия, кипятят до появления розовой окраски, затем выдерживают 30 мин при температуре, близкой к кипению, поддерживая объем раствора около 50 см<sup>3</sup>.

После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, предварительно обмытую водой, не содержащей

восстановителей, доливают такой же водой до метки и перемешивают.

Раствором сравнения служит вода.

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

Одновременно через все стадии проводят контрольный опыт.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для построения градуировочного графика в конические колбы вместимостью 150 см<sup>3</sup> приливают из микробюretки 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора, что соответствует 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 мг оксида марганца (II). Во все колбы приливают по 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, по 3 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, воды до объема 50 см<sup>3</sup>, по 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, по 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия или натрия и далее поступают, как указано в п. 3.1.

По величине оптической плотности испытуемого раствора и известным массовым долям оксида марганца (II) строят градуировочный график.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

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

$m$  — масса навески боксита, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля оксида марганца (II) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,010 до 0,050 включ.	0,005	0,008
Св. 0,05   » 0,10   »	0,01	0,02
» 0,10   » 0,50   »	0,03	0,04

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

**РАЗРАБОТЧИКИ**

Л. С. Васильева, Т. И. Жилина, Е. Я. Гринькова, С. И. Медведева, Н. Ф. Парфенова, А. А. Диденко

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.04.78 г. № 1113

**3. Впервые**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 7172—76	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 24104—80	2

**5. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2910**

**6. Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**