

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР  
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (ВИМС)



Научный совет по аналитическим  
методам

Химические методы

Инструкция № 128-Х

МАРГАНЕЦ

МОСКВА  
1974

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от 18 мая 1964 года

7. Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлениям и управлениям геологии и охраны недр при Советах Министров союзных республик, научно-исследовательским институтам, организациям и учреждениям Госгеолкома СССР:

а) обязать лаборатории при выполнении количественных анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами, а также Научным советом, по мере утверждения последних ВИМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от 1 ноября 1954 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

Приложение № 3, § 8. Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим путем.

**МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР**  
**Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе**

**Химические методы**  
**Инструкция № 128-Х**

**ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ НЕКОМПЕНСАЦИОН-  
НЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО СОДЕР-  
ЖАНИЯ МАРГАНЦА В МАРГАНЦЕВЫХ КОН-  
ЦЕНТРАТАХ, В МАРГАНЦЕВЫХ И ЖЕЛЕЗНЫХ  
РУДАХ**

**Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья**  
**(ВИМС)**

**Москва, 1974**

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964г. инструкция № 128-Х рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для особо точного анализа - I категория.

(Протокол № 22 от 15 марта  
1973г.)

Председатель НСАМ

В.Г. Сочеванов

Председатель секции  
химических методов

К.С. Пахомова

Ученый секретарь

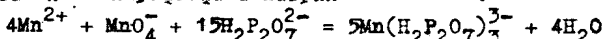
Р.С. Фридман

Инструкция № 128-Х рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 22 от 15 марта 1973г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 мая 1974 г.

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ НЕКОМПЕНСАЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА В МАРГАНЦЕВЫХ КОНЦЕНТРАТАХ,  
В МАРГАНЦЕВЫХ И ЖЕЛЕЗНЫХ РУДАХ<sup>х)</sup>

Сущность метода

Метод основан на окислении ионов двухвалентного марганца раствором перманганата калия до ионов трехвалентного марганца в нейтральной среде в присутствии избытка комплексообразователя - пирофосфата натрия<sup>1,3,7,10,13</sup>.



Марганец определяют потенциометрическим некомпенсационным методом с применением двух электродов - платинового и вольфрамового<sup>3,4,7,11</sup>. Платиновый электрод является индикаторным, вольфрамовый - электродом сравнения. Конец реакции фиксируется по изменению потенциала платинового электрода, реагирующего на присутствие в титруемом растворе избытка семивалентного марганца.

Определению марганца потенциометрическим методом не мешает присутствие до 20 мг кобальта, никеля, меди, вольфрама, молибдена, урана, кальция: до 30 мг титана; до 50 мг мышьяка У;

х) Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИМСа, 1973г., по результатам работы А.Б. Крошкиной и С.М. Бессоновой (1970г.).

до 200 мг железа Ш, магния. Фтор-ион также не мешает определению.

Определению марганца мешают ванадий У и IV, хром Ш и VI, мышьяк Ш, железо II, сурьма Ш и У и кальций, если он присутствует в титруемом растворе в количестве более 20 мг.

В присутствии ванадия У по мере приближения к эквивалентной точке потенциал устанавливается медленно, поэтому титрованный раствор перманганата калия следует прибавлять по каплям до устойчивого положения стрелки гальванометра.

Ванадий IV в условиях потенциометрического титрования марганца медленно окисляется перманганатом, завышая результаты определения марганца. Для отделения ванадия марганец осаждают в виде  $MnO(OH)_2$  едким натром в присутствии перекиси водорода<sup>2,5</sup>.

Хром Ш в присутствии марганца окисляется перманганатом калия и вызывает завышение результатов<sup>12</sup>. Как показали исследования, выполненные А.Б. Крошкиной и С.М. Бессоновой (1970г), устойчивое комплексное соединение хрома Ш с пирофосфатом не титруется перманганатом. Так как это соединение образуется во времени, они рекомендуют оставлять на ночь подготовленный для титрования раствор. При содержании хрома Ш в растворе более 10 мг добавляют углекислый аммоний, чтобы предотвратить выпадение осадка пирофосфата хрома, который адсорбирует  $Mn^{2+}$ , что вызывает занижение результатов.

Хром VI занижает результаты определения марганца, частично окисляя марганец II.

Мышьяк Ш и железо II завышают результаты определения марганца. Влияние этих элементов устраняют, окисляя их до высшей валентности азотной кислотой при разложении пробы.

Сурьма Ш в условиях титрования марганца окисляется перманганатом калия и завышает результаты определения марганца.

Сурьма У при содержании ее в титруемом растворе выше 2,5 мг явственно индицирует индикаторный электрод. Сопротивление на границе электрод-раствор резко повышается, что препятствует дальнейшему окислению марганца, и стрелка гальванометра не отклоняется в эквивалентной точке.

Сурьма редко встречается в марганцевых рудах, и в пред-

лагаемом ходе анализа ее отделение не предусматривается.

При содержании кальция в титруемом растворе более 20 мг выпадает осадок пирофосфата кальция, который адсорбирует  $Mn^{2+}$ , и результаты определения занижаются. Марганец отделяют от кальция, осаждая его аммиаком в виде  $MnO(OH)_2$  в присутствии персульфата аммония<sup>10</sup>.

Влияние элементов, гидролизующихся в нейтральной среде (алюминий, кадмий, цинк, висмут и др.), устраняется переведением их в растворимые пирофосфатные комплексные соединения.

Марганец обычно определяют из отдельной навески пробы, которую разлагают соляной и азотной кислотами с добавлением фтористого натрия. Соляная кислота является одновременно лучшим растворителем для минералов железа, часто сопутствующих марганцевым окислам.

Силикатные породы разлагают смесью фтористоводородной и серной кислот, остаток растворяют в соляной кислоте.

Метод рекомендуется для определения марганца в марганцевых рудах и концентратах, в железных рудах и в других объектах при содержании марганца от 0,5% и выше и отвечает по точности и правильности результатов I категории классификации методов анализа.

В инструкции дано описание двух вариантов метода: А — для руд простого состава (в титруемом растворе содержится не более 0,5 мг ванадия и хрома и не более 20 мг кальция) и Б — для руд сложного состава (в титруемом растворе содержится более 0,5 мг ванадия и хрома).

В пределах содержания марганца от 0,5 до 20% метод обеспечивает воспроизводимость результатов определения в два-три раза лучшую, чем предусмотренная в таблице допустимых расхождений инструкции по внутрилабораторному контролю<sup>9</sup> (табл. I), при незначимой систематической ошибке, что позволяет рекомендовать его как метод повышенной точности (I категория).

По данным авторов метода расхождения между повторными определениями с 95%-ной доверительной вероятностью при содержании марганца 30% составляют 0,79%, при содержании 40-60% не превышают 0,6% отн.

Допустимые расхождения<sup>9</sup>

Содержание Mn, %	Допустимые расхождения, отн. %
10 - 19,99	4,0
5- 9,99	5,5
2- 4,99	7,5
1- 1,99	9,5
0,5- 0,99	15

## Реактивы и материалы

1. Кислота азотная d<sup>x</sup>) 1,40
2. Кислота серная d 1,84, разбавленная 1:1
3. Кислота соляная d 1,19 и разбавленная 1:1
4. Аммиак, разбавленный 1:1
5. Натр едкий, 2%-ный, 3%-ный, 5%-ный и 20% - ный раствор.
6. Аммоний углекислый, 10%-ный раствор
7. Натрий пирофосфорнокислый (пирофосфат натрия), насыщенный раствор. Навеску пирофосфата натрия 120 г растворяют в 1 л дистиллированной воды, перемешивают на магнитной мешалке в течение часа и фильтруют. Рекомендуется предварительно перекристаллизовать соль
8. Натрий фтористый
9. Перекись водорода, 30%-ный раствор (пергидроль)
10. Калий марганцевокислый (перманганат калия), 0,1 н., 0,02 н. и 0,01 н. растворы. Титрованный раствор перманганата калия нельзя приготовить из точной навески, так как он бывает загрязнен следами двуокиси марганца. Кроме того, перманганат реагирует с восстановителями, обычно содержащимися в воде, образуя двуокись марганца, которая каталитически разлагает перманганат калия с выделением кислорода. Для выделения двуокиси марганца в осадок раствор кипятят или оставляют на десять дней<sup>8</sup>.

Для приготовления приблизительно 0,1 н. раствора навеску

x) d-относительная плотность.



перманганата калия х.ч. или ч.д.а. 3,2-3,3 г растворяют в 1 литре дистиллированной воды. Растворение идет медленно, поэтому раствор время от времени взбалтывают и оставляют в закрытой склянке на 7-10 дней (в темноте). Затем раствор переливают посредством стеклянного сифона в другую чистую склянку из темного стекла с притертой пробкой или фильтруют через специальную воронку со стеклянной пористой пластинкой. Освобожденный от двуокиси марганца раствор перманганата калия хранится без заметных изменений в течение длительного времени при условии, что он защищен от дневного света и от пыли<sup>6</sup>.

Титр раствора перманганата калия устанавливают по безводному павелевокислороду натрия<sup>10</sup>. Две навески  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  по 0,2-0,25 г, взятые с точностью до 0,1 мг, растворяют в 200 мл дистиллированной воды в конической колбе емкостью 500 мл. Приливают 10 мл серной кислоты 1:1, нагревают до 80-90°C и сейчас же титруют 0,1н. раствором перманганата калия при непрерывном перемешивании (вращением колбы) до появления слабозеленой окраски, не исчезающей в течение 1 минуты. Первые капли перманганата обесцвечиваются медленно. Затем, когда в процессе титрования образуется некоторое количество ионов  $\text{Mn}^{2+}$ , каталитически ускоряющих течение реакции, скорость приливания перманганата можно увеличить до 10-15 мл в минуту. Последние 0,5-1 мл раствора перманганата приливают опять по каплям после исчезновения окраски от предыдущей капли. Температура раствора к концу титрования должна быть не ниже 60°C. Чтобы определить объем раствора перманганата калия, необходимого для получения окраски, принимаемой за конец реакции, ставят контрольный опыт: в стакан или колбу наливают 200 мл воды и 10 мл серной кислоты 1:1, нагревают до 70°C и прибавляют раствор перманганата до такого же оттенка, как в оттитрованном растворе. Объем раствора перманганата, расходуемого на образование окраски контрольного раствора, вычитают из объема раствора перманганата, пошедшего на титрование. Эту поправку необходимо вносить в результат каждого титрования. Нормальность раствора перманганата калия вычисляют следующим образом: если навеска  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  равна 0,2500г, эквивалентный вес  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  равен 67,00, а на титрование пошло 33,93 мл перманганата калия, то нормальность равна:

$$\frac{0,2500 \cdot 1000}{33,98.67} = 0,10997 \text{ н.}$$

№ 128-X

Титр перманганата калия рассчитывают по формуле:

$$T_{\text{KMnO}_4} = \frac{H.э}{1000} = \frac{0,10997 \cdot 31,61}{1000} = 0,003476 \text{ г KMnO}_4 \text{ в 1 мл,}$$

где н. - нормальность раствора перманганата калия,

э - граммэквивалент перманганата калия.

Титр 0,1 н. раствора перманганата калия проверяют не реже одного раза в два месяца. Растворы перманганата калия 0,02 н. и 0,01 н. готовят разбавлением 0,1 н. раствора прокипяченной и охлажденной дистиллированной водой и устанавливают их титр по перманганату калия или по щавелево-кислому марганцу ( $\text{MnC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) потенциометрическим методом следующим образом: в три стакана емкостью 300 мл отмеряют бюреткой по 15 мл 0,1 н. раствора перманганата калия, титр которого установлен по безводному щавелевокислому натрию, прибавляют 5 мл соляной кислоты а 1,19 и упаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 5 мл соляной кислоты и снова упаривают досуха на кипящей водяной бане. Сухой остаток растворяют в 3-4 мл соляной кислоты 1:1 и 20 мл воды при нагревании. К остывшему раствору добавляют при перемешивании 120 мл насыщенного раствора пирофосфата натрия, по универсальной индикаторной бумаге устанавливают  $\text{pH} = 7$  и титруют раствор как указано при определении марганца в рудах простого состава. Титр 0,01 н. и 0,02 н. растворов перманганата калия (Т), выраженный в г/мл марганца, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{C \cdot 0,3476}{V - V_1},$$

где С - навеска перманганата калия, соответствующая 15 мл 0,1 н. раствора, г;

V - объем раствора перманганата калия, израсходованного на титрование, мл;

$V_1$  - объем раствора перманганата калия, израсходованного на титрование раствора глухого опыта, мл;

0,3476 - коэффициент пересчета перманганата калия на марганец.

Титр 0,02 н. раствора перманганата калия проверяют не реже одного раза в шесть дней, 0,01 н. раствора - перед его использованием.

## II. Бумага индикаторная универсальная

№ 128-X

### Аппаратура

1. Гальванометр на 17-20 мв.
2. Электромагнитная мешалка.
3. Магазин сопротивления типа КМС-6.
4. Электроды - платиновый и вольфрамовый. Изготавливаются из платиновой и вольфрамовой проволоки диаметром 0,5 мм и длиной 400 мм. Проволока наматывается в виде спирали на стеклянные палочки. Платиновый электрод (индикаторный) присоединяют к плюсу гальванометра, вольфрамовый (электрод сравнения) - через сопротивление к минусу гальванометра.

### Ход анализа

#### А. Руды простого состава

Навеску тонкоизмельченной руды 0,2-0,5 г (в зависимости от предполагаемого содержания марганца)<sup>х)</sup> помещают в стакан емкостью 300 мл, прибавляют 0,8 г фтористого натрия, 15 мл соляной кислоты  $\alpha$  1,19 и растворяют при слабом нагревании до перехода темной окраски раствора в светло-желтую. Приливают 2-8 мл азотной кислоты  $\alpha$  1,40, кипятят до удаления окислов азота, затем прибавляют 5 мл серной кислоты 1:1 и упаривают до влажных солей. К остатку приливают 20 мл соляной кислоты 1:1, 10-15 мл воды и нагревают при перемешивании до растворения солей. Остывший раствор переносят в мерную колбу на 250 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

---

х) При содержании марганца 10% и выше берут навеску 0,5 г и определяют его из аликвотной части раствора, полученного при разложении навески. При содержании марганца 2,5-5% берут 0,25 г; при содержании 5-10% - 0,2 г. В обоих случаях марганец определяют в растворе всей навески. Остаток после разложения растворяют при нагревании в 3-4 мл соляной кислоты 1:1 и 20 мл воды. К остывшему раствору приливают при перемешивании магнитной мешалкой 120 мл насыщенного раствора пирофосфата натрия, устанавливают рН раствора и далее по ходу анализа.

В стакан емкостью 300-400 мл наливают 120 мл насыщенного раствора пирофосфата натрия, включают мешалку с такой скоростью, чтобы не было разбрызгивания, и вносят пипеткой аликвотную часть анализируемого раствора (25 мл). По универсальной индикаторной бумаге устанавливают рН раствора, нанося тонкой стеклянной палочкой каплю раствора на кусочек бумаги. Раствор должен быть нейтральным (рН = 7). Если рН раствора ниже семи, прибавляют по каплям аммиак, разбавленный 1:1; если рН выше семи — соляную кислоту 1:1. В подготовленный раствор опускают электроды, увеличивают скорость вращения мешалки, при помощи магазина сопротивления устанавливают стрелку гальванометра на деление 3 или 4 мВ и титруют 0,01 или 0,02н. (в зависимости от предполагаемого содержания марганца) раствором перманганата калия. В начале титрования стрелка гальванометра несколько отклоняется влево от установленного положения. К концу титрования, когда стрелка гальванометра начинает заметно колебаться, перманганат калия добавляют осторожно по каплям до отклонения стрелки на 3 мВ от первоначально установленного положения, то есть до деления 6 или 7 мВ. Такое положение стрелки должно оставаться постоянным в течение одной минуты, что служит признаком окончания титрования. В таких же точно условиях устанавливают титр раствора перманганата калия.

Перед титрованием необходимо погрузить платиновый электрод на 1-2 мин. в концентрированную серную кислоту, а затем промыть водой.

По ходу анализа ведут глухой опыт со всеми реактивами. Раствор глухого опыта титруют в таких же условиях, как и анализируемый раствор.

Содержание марганца в исследуемом материале вычисляют по формуле

$$\% M_n = \frac{T(v - v_1)}{c} \cdot 100,$$

где Т — титр раствора перманганата калия, выраженный в г/мл марганца;

v — объем раствора перманганата калия, пошедшего на титрование раствора пробы, мл;

$V_1$  — объем раствора перманганата калия, пошедшего на титрование раствора глухого опыта, мл;

С — навеска, г.

Если содержание марганца должно быть пересчитано на абсолютно сухое вещество, то полученный результат (%) умножат на величину  $\frac{100}{100-a}$ , где а — содержание гигроскопической воды, определенное высушиванием отдельной навески при 105-110°C.

### Б. Руды сложного состава

Навеску тонкоизмельченной руды 0,25-0,5 г (в зависимости от предполагаемого содержания марганца) помещают в стакан емкостью 250 мл, прибавляют 0,3 г фтористого натрия, 15 мл соляной кислоты  $d_{1,19}$  и растворяют при слабом нагревании до перехода темной окраски раствора в светло-желтую. Приливают 2-3 мл азотной кислоты  $d_{1,40}$ , кипятят и упаривают до влажных солей. Для удаления окислов азота добавляют 5 мл соляной кислоты  $d_{1,19}$  и снова упаривают до влажных солей. Обработку соляной кислотой повторяют еще два раза. К остатку прибавляют 20 мл соляной кислоты 1:1, 10-15 мл воды и нагревают при перемешивании до растворения солей. Если из мешающих элементов присутствует только хром, то полученный солянокислый раствор переносят в мерную колбу на 250 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

В стакан емкостью 300-400 мл наливают 120 мл насыщенного раствора пирофосфата натрия, включают мешалку с такой скоростью, чтобы не было разбрызгивания, и вносят пипеткой аликвотную часть анализируемого раствора (25 мл). Прибавляют 10 мл 10%-ного раствора углекислого аммония. По универсальной индикаторной бумаге устанавливают pH раствора, нанося тонкой стеклянной палочкой каплю раствора на кусочек бумаги. Раствор должен быть нейтральным (pH = 7). Если pH раствора ниже семи, прибавляют по каплям аммиак, разбавленный 1:1; если pH выше семи —

соляную кислоту 1:1<sup>х</sup>). Раствор оставляют на ночь для образования устойчивого хромпирофосфатного комплекса. На следующий день раствор титруют и вычисляют содержание марганца как при определении его в рудах простого состава.

Если из мешающих элементов в пробе присутствует только ванадий, остаток после разложения растворяют в 10 мл соляной кислоты 1:1 и 50 мл воды<sup>хх</sup>). Раствор фильтруют в стакан емкостью 300 мл, промывают водой (до исчезновения в 1-2 мл промывной воды бурой окраски марганца при прибавлении раствора NaOH и 2-3 капель пергидроля) и упаривают до 50 мл. Горячий раствор нейтрализуют 20%-ным раствором едкого натра до начала выпадения гидроокисей, растворяют их в нескольких каплях соляной кислоты, нагревают до кипения и медленно, при постоянном перемешивании вливают в стакан емкостью 300 мл, в который предварительно налито 50 мл горячего 5%-ного раствора едкого натра. Стенки стакана обмывают горячим 3 %-ным раствором едкого натра. К раствору с осадком прибавляют 2-3 капли пергидроля, кипятят 2-3 мин. до коагуляции осадка двуокиси марганца и фильтруют через бумажный фильтр, предварительно обработанный 3-4 раза 5%-ным раствором едкого натра. Осадок промывают 5-6 раз горячим 2%-ным раствором едкого натра и смывают с фильтра в стакан, в котором велось осаждение, сначала горячей водой, затем горячей соляной кислотой 1:4 с добавлением 20 капель пергидроля на 1 л (для растворения двуокиси марганца). Фильтр тщательно промывают горячей водой.

х) Если раствор не переносят в мерную колбу (при содержании марганца меньше 10%), то остаток растворяют при нагревании в 3-4 мл соляной кислоты 1:1 и 20 мл воды. К остывшему раствору приливают при помешивании на магнитной мешалке 120 мл насыщенного раствора пирофосфата натрия, прибавляют 10 мл 10%-ного раствора углекислого аммония и устанавливают pH = 7. Далее по ходу анализа.

хх) Если раствор после разложения переносят в мерную колбу, и содержание ванадия в аликвотной части (25 мл) превышает 0,5 мг, то для его отделения эту аликвотную часть помещают в стакан емкостью 300 мл, нагревают, нейтрализуют 20%-ным раствором едкого натра и далее по ходу анализа.

Если на фильтре остаются следы двуокиси марганца, то его обрабатывают несколькими каплями пергидроля и смывают той же соляной кислотой, а затем горячей водой. Солянокислый раствор упаривают до влажных солей, остаток растворяют в 3-4 мл соляной кислоты 1:1 и 20 мл воды. К остывшему раствору при перемешивании на магнитной мешалке приливают 120 мл насыщенного раствора пирофосфата натрия, устанавливают pH раствора, равный семи, и далее определяют марганец и вычисляют результаты, как при определении марганца в рудах простого состава.

При совместном присутствии ванадия и хрома сначала отделяют ванадий, а затем устраняют мешающее влияние хрома как было изложено выше.

#### Литература

1. Бусев Л.И. Потенциометрическое определение марганца в марганцевых рудах, ферромарганце, никроме и высокохромистых сталях. Зав. лаб. № 10, 1948, стр. 1198.
2. Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И. Практическое руководство по неорганическому анализу. Госхимиздат, 1957, стр. 455, 101.
3. ГОСТ 12809-66. Руды марганцевые и концентраты.
4. Кольцгоф И., Фурман Н. Потенциометрическое титрование. ОНТИ. Химтеорет. Л., стр. 91, 1935г.
5. Крешков А.П. Основы аналитической химии. "Химия", т. I, стр. 249, 1965.
6. Лайтинен Г.А. Химический анализ. "Химия", стр. 395, М., 1966.
7. Ляликов П.С., Ткаченко Н.С., Добржанский А.В., Сакунов В.И. Анализ железных, марганцевых руд и агломератов. "Металлургия", стр. 176, 180, М., 1966.
8. Мейке В.А. Руководство для препараторов химико-аналитических лабораторий. Госгеолтехиздат, стр. 83, 1956.
9. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Москва, ВИМС, 1973.
10. Пономарев А.И. Методы химического анализа силикатных и карбонатных горных пород. Изд-во АН СССР, 1961, стр. 54, 225.

№ I28 - X

II. Файнберг С.Ю., Филиппова Н.А. Анализ руд цветных металлов. Металлургиздат, 1963, стр. 68.

I2. Scribner W. Influence of chromium III on the determination of manganese. Anal. Chem. vol. 32, N 8, 970, 1960.

I3. ~~Angane~~ J., Karplus R. New method for determination of manganese. Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 18, N 3, 191 (1946).

Изъятие из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52 - X } № 53 - X }	№ I03 - X
№ 92 - X	№ II3 - X
№ 90 - X	№ II5 - X
№ 9 - ЯФ	№ II6 - ЯФ
№ I3 - X	№ II9 - X



**К Л А С С И Ф И К А Ц И Я**  
**лабораторных методов анализа минерального сырья по их наз-**  
**начению и достигаемой точности**

Кате- гория анали- за	Наименование анализа	Назначение анализа	Точность по сравнению с допусками внутрила- бораторного контроля	Кoeffи- циент к допускам
I.	Особо точный анализ	Арбитражный анализ, анализ эталонов	Средняя ошибка в 3 раза меньше допусков	0,33
II.	Полный анализ	Полные анализы гор- ных пород и минера- лов.	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пре- делах 99,5-100,5%	
III.	Анализ рядо- вых проб	Массовый анализ гео- логических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контроль- ных анализах.	Ошибки анализа должны укладываться в допуски	I
IV.	Анализ технодо- гических продук- тов	Текущий контроль тех- нологических процес- сов	Ошибки анализа могут ук- ладываться в расширенные допуски по особой дого- воренности с заказчиком.	I-2
V.	Особо точный анализ геохи- мических проб	Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутни- ков" при близких к кларковым содержаниям.	Ошибка определения не должна превышать полови- ны допуска; для низких со- держаний, для которых до- пуски отсутствуют, - по договоренности с заказ- чиком.	0,5
VI.	Анализ рядовых геохимических проб.	Анализ проб при гео- химических и других исследованиях с по- вышенной чувстви- тельностью и высокой про- изводительностью.	Ошибка определения долж- на укладываться в удво- енный допуск; для низких содержаний, для которых до- пуски отсутствуют, - по договоренности с заказчи- ком.	2
VII.	Полуколичествен- ный анализ	Качественная харак- теристика минераль- ного сырья с ориен- тировочным указани- ем содержания эле- ментов, применяемая при металлометриче- ской съемке и др. поисковых геологи- ческих работах	При определении содержа- ния элемента допускаются отклонения на 0,5-1 порядок.	
VIII.	Качественный анализ	Качественное опреде- ление присутствия элемента в минераль- ном сырье.	Точность определения не нормируется	