ГОСТ 22772.2—96
(ИСО 4298—84)

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

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА ОБЩЕГО

Издание официальное

БЗ 1—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

перепечатка запр

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 147, Институтом стандартных образцов (ИСО ЦНИИчермет)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол №9—96 от 12.04.96)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Приложение А настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 4298—84 «Руды и концентраты марганцевые. Определение содержания марганца. Потенциометрический метод»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 9 декабря 1997 г. № 402 межгосударственный стандарт ГОСТ 22772.2—96 (ИСО 4298—84) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22772.2—77

© ИПК Издательство стандартов, 1998

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Потенциометрический метод. 1
Приложение А Руды и концентраты марганцевые. Определение содержания марганца. Потенциометрический метод (ИСО 4298—84) 5

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

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

Методы определения марганца общего

Manganese ores, concentrates and agglomerates.
Methods for determination of total manganese

Дата введения 1999—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает потенциометрический метод определения марганца общего при массовой доле от 10 до 60 % и метод определения по международному стандарту ИСО 4298 (в соответствии с приложением А).

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 342—77 Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия
ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия.
ГОСТ 4332—76 Калий углекислый-натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4463—76 Натрий фтористый. Технические условия
ГОСТ 6008—90 Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 16598—80 Руды марганцевые, концентраты и агломераты. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги.
ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 22772.0—96 Руды марганцевые, концентраты и агломераты. Общие требования к методам химического анализа.

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22772.0.

4 ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на реакции окисления двухвалентного марганца раствором марганцовокислого калия до трехвалентного в нейтральной среде в присутствии пирофосфорнокислого натрия.

Влияние железа, титана, алюминия, хрома и других элементов устраняется связыванием их в растворимые пирофосфатные комплексные соединения.

4.1 Аппаратура и реактивы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 700 °С.

Тигли стеклоуглеродные.

pH-метр.

Издание официальное

Потенциометрическая установка для титрования с электродами: платина — насыщенный каломельный, платина — вольфрамовый, платина — платиновый.

Бумага индикаторная универсальная.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Натрия пероксид.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор 50 г/дм^3.

Натрий дифосфат 10-водный по ГОСТ 342, раствор 120 г/дм^3. Раствор готовят за 24 ч до применения.

Бромтимоловый синий (индикатор), раствор 0,4 г/дм^3.

Марганец металлический по ГОСТ 6008, степень чистоты не менее 99,9 %; 10 г металлического марганца помещают в стакан вместимостью 400 см^3, обрабатывают в течение нескольких минут поверхностный слой смесью 50 см^3 воды и 5 см^3 азотной кислоты до получения блестящей поверхности. Марганец промывают шесть раз водой, затем ацетоном и высушивают при 100 °С в течение 10 мин.

Стандартный раствор марганца 1 г/дм^3, приготовленный следующим образом: 1,0000 г металлического марганца помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 100 см^3 воды. Раствор кипятят несколько минут, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 0,001 г марганца.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, степень чистоты не менее 99,5 % и перекристаллизованный следующим образом: 250 г марганцовокислого калия помещают в стакан вместимостью 1 дм^3 и приливают 800 см^3 воды, нагретой до 90 °С. Раствор фильтруют под разряжением через тигель с фильтрующей стеклянной пластинкой № 3. Отфильтрованный раствор быстро охлаждают в воде со льдом до 10 °С при энергичном перемешивании и дают мелкокристаллическому осадку отстояться. Затем раствор сливают, переносят кристаллическую массу в тигель с фильтрующей стеклянной пластинкой № 3 и отсасывают. Перекристаллизацию повторяют еще раз. Полученную кристаллическую массу переносят на стекло или в широкую фарфоровую чашку и сушат на воздухе в защищенном от света месте, предохраняя от пыли. Когда кристаллическая масса при раздавливании стеклянной палочкой перестает слипаться, ее высушивают при 80—100 °С в течение 2—3 ч в сушильном шкафу. Затем переносят в банку из темного стекла с притертой пробкой. Очищенный таким образом марганцовокислый калий совершенно негигроскопичен.

Титрованный раствор марганцовокислого калия 1,8 г/дм^3, приготовленный следующим образом: 1,8 г марганцовокислого калия растворяют в 1 дм^3 воды и оставляют на 6 сут, затем сливают раствор через сифон в склянку из темного стекла.

Массовую концентрацию титрованного раствора марганцовокислого калия по стандартному раствору марганца устанавливают следующим образом: отбирают аликвоту стандартного раствора марганца объемом 100 см^3 в стакан вместимостью 400—500 см^3, содержащий 150 см^3 раствора пирофосфорнокислого натрия. Устанавливают pH раствора, равную 7, как указано в 4.2.1.2, и титруют раствором марганцовокислого калия в соответствии с 4.2.1.3. Параллельно проводят контрольный опыт без добавления стандартного раствора марганца.

Массовую концентрацию C титрованного раствора марганцовокислого калия в граммах марганца на кубический сантиметр, установленную по стандартному раствору, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{m}{V - V_1},$$

где m — масса марганца в аликвоте стандартного раствора, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование стандартного раствора марганца, см^3;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3.

Массовую концентрацию титрованного раствора по марганцовокислому калию устанавливают следующим образом: навеску перекристаллизованного марганцовокислого калия массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 200 см^3, приливают 20—25 см^3 воды и перемешивают. Приливают 10 см^3 соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и медленно нагревают. По окончании реакции стекло обмывают водой, к раствору приливают несколько капель азотной кислоты и раствор выпаривают досуха.

К сухому остатку приливают 5 см^3 соляной кислоты и вновь раствор выпаривают досуха, обработку сухого остатка соляной кислотой и выпаривание повторяют еще раз. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и приливают 10—15 см^3 воды. Полученный раствор переливают в стакан вместимостью 400—500 см^3, содержащий 150 см^3 раствора пирофосфорнокислого натрия. Устанавливают pH раствора, равную 7, как указано в 4.2.1.2, и титруют раствором марганцовокислого калия в соответствии с 4.2.1.3.

Массовую концентрацию C титрованного раствора марганцовокислого калия в граммах марганца на кубический сантиметр, установленную по марганцовокислому калию, рассчитывают по формуле

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

где m — масса навески марганцовокислого калия, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование марганца, см^3;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

0,3476 — коэффициент пересчета марганцовокислого калия на марганец.

Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия по стандартному образцу устанавливают следующим образом: берут навеску соответствующего стандартного образца и проводят определение. как указано в 4.2.1 или 4.2.2.

Массовую концентрацию C титрованного раствора марганцовокислого калия в граммах марганца на кубический сантиметр, установленную по стандартному образцу, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{A\,m}{100\,(V - V_1)},$$

где A — массовая доля марганца в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, см^3;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3.

4.2 Проведение анализа

4.2.1 *Для легкорастворимых материалов*

4.2.1.1 Навеску пробы массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, смачивают несколькими каплями воды, приливают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают при слабом кипении до просветления раствора и перехода темно-бурой окраски раствора в светло-желтую.

При необходимости растворение ведут в присутствии 0,2 г фтористого натрия.

К раствору прибавляют несколько капель азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают досуха.

К сухому остатку приливают 2 см^3 соляной кислоты и выпаривают раствор до влажных солей. Выпаривание с соляной кислотой повторяют до просветления раствора.

4.2.1.2 Соли растворяют при нагревании в 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, приливают 10—15 см^3 воды и переливают полученный раствор в стакан вместимостью 400—500 см^3, содержащий 150 см^3 раствора пирофосфорнокислого натрия. Устанавливают pH раствора, равную 7, добавлением соляной кислоты, разбавленной 1 : 4, или раствора углекислого натрия (контролируют по pH-метру, универсальной индикаторной бумаге или по индикатору бромтимоловому синему).

Раствор разбавляют водой примерно до 250 см^3.

4.2.1.3 Полученный раствор титруют раствором марганцовокислого калия с помощью pH-метра или потенциометрической установки с парой электродов: платина — платиновый, платина — вольфрамовый или платина — насыщенный каломельный до максимального скачка потенциала.

4.2.2 *Для труднорастворимых материалов*

4.2.2.1 Навеску пробы массой 0,2 г помещают в стеклоуглеродный тигель, содержащий 0,5 г калия углекислого — натрия углекислого, прибавляют в тигель 1,5 г пероксида натрия, тщательно перемешивают и сплавляют в муфельной печи при 600—700 °С, выдерживая 1—2 мин с момента расплавления. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3 и выщелачивают плав в 40 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 4. Тигель вынимают из стакана и обмывают его водой. В раствор приливают нескольких капель пероксида водорода и кипятят до просветления раствора. Раствор выпаривают до влажных солей и продолжают анализ в соответствии с 4.2.1.2 и 4.2.1.3.

4.2.3 Для внесения поправки на содержание марганца в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

4.3 Обработка результатов

4.3.1 Массовую долю марганца $X_{\text{Mn общ}}$ в процентах рассчитывают по формуле

$$X_{\text{Mn общ}} = \frac{C(V - V_1) \cdot 100 \cdot K}{m},$$

где C — массовая концентрация раствора марганцовокислого калия по марганцу, г/см^3;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

m — масса навески пробы, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли марганца на массовую долю его в сухом материале (см. ГОСТ 22772.0).

4.3.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли марганца указаны в таблице.

В процентах

Массовая доля марганца	Δ	d_2	d_3	d_k	δ
От 10 до 20 включ.	0,2	0,2	0,3	0,3	0,1
Св. 20 » 50 »	0,3	0,3	0,4	0,4	0,2
» 50 » 60 »	0,4	0,4	0,5	0,5	0,3

*ПРИЛОЖЕНИЕ А**
Рекомендуемое

РУДЫ И КОНЦЕНТРАТЫ МАРГАНЦЕВЫЕ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ИСО 4298—84)

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения содержания марганца в марганцевых рудах и концентратах при содержании марганца 15 % (по массе) и выше.

Настоящий стандарт применяют совместно с ИСО 4297.

2 ССЫЛКИ

ИСО 4296-1—84 Руды марганцевые. Отбор проб. Часть 1. Отбор единичной пробы

ИСО 4296-2—83 Руды марганцевые. Отбор проб. Часть 2. Приготовления проб

ИСО 4297—78 (ГОСТ 22772.0—96) Руды и концентраты марганцевые. Методы химического анализа. Общие правила проведения

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Разложение навески пробы обработкой соляной, азотной, хлорной и фтористоводородной кислотами. Отделение нерастворимого остатка, сохранение фильтрата в качестве основного раствора. Прокаливание нерастворимого остатка и сплавление с углекислым натрием, выщелачивание плава в соляной кислоте и присоединение к основному раствору. Добавление аликвоты к раствору пирофосфорнокислого натрия, установка pH, равной 7,0, и потенциометрическое титрование титрованным раствором перманганата калия.

4 РЕАКЦИЯ

Метод основан на окислении ионов марганца (II) до ионов марганца (III) перманганатом калия в нейтральной среде в присутствии пирофосфорнокислого натрия:

$$4Mn^{2+} + MnO_4^- + 8H^+ \rightarrow 5Mn^{3+} + 4H_2O.$$

Влияние железа и других сопутствующих элементов устраняется связыванием их в растворимые пирофосфатные комплексы.

5 РЕАКТИВЫ

5.1 Натрий углекислый безводный (Na_2CO_3).

5.2 Натрий углекислый, раствор 50 г/дм^3.

5.3 Натрий пирофосфорнокислый, декагидрат ($Na_4P_2O_7 \cdot 10\ H_2O$), раствор 120 г/дм^3.

5.4 Кислота соляная плотностью 1,19 г/см^3.

5.5 Кислота соляная, разбавленная 1 : 4.

5.6 Кислота фтористоводородная плотностью 1,14 г/см^3.

5.7 Кислота хлорная плотностью 1,51 г/см^3.

5.8 Кислота азотная плотностью 1,40 г/см^3.

5.9 Калий марганцовокислый (перманганат калия $KMnO_4$), степень чистоты не менее 99,5 %, перекристаллизованный.

Растворяют 250 г перманганата калия (степень чистоты не менее 99,5 %) в 800 см^3 горячей воды (90 °С) в стакане вместимостью 1 дм^3. Фильтруют раствор под вакуумом через стеклянный фильтр № 3. Охлаждают фильтрат в воде со льдом до 10 °С, энергично перемешивая. Дают осесть мелкозернистому осадку. Затем сливают раствор, переносят кристаллическую массу на стеклянный фильтр № 3 и фильтруют под вакуумом. Повторяют перекристаллизацию.

После полного отсасывания помещают кристаллическую массу в стеклянную или фарфоровую чашку и высушивают на воздухе в темноте, защищая от пыли. Когда кристаллическая масса при раздавливании стеклянной палочкой перестанет слипаться, ее высушивают при 80—100 °С в течение 2—3 чв сушильном шкафу, затем переносят в банку из темного стекла с притертой пробкой.

Полученный таким образом перманганат калия содержит 34,76 % (по массе) марганца и негигроскопичен.

---

* Применяют при экспортно-импортных поставках.

5.10 Марганец, стандартный раствор 1 г/дм^3.

Помещают 10 г электролитического марганца (чистота не менее 99,95 %) в стакан вместимостью 400—500 см^3, приливают 50 см^3 воды и 5 см^3 азотной кислоты (5.8) и оставляют на несколько минут до тех пор, пока поверхность на станет блестящей. Обработанный марганец промывают 6 раз водой, затем ацетоном и высушивают при 100 °С в течение 10 мин.

Помещают 1,0000 г очищенного электролитического марганца в стакан вместимостью 400–500 см^3 и приливают 20 см^3 серной кислоты (плотностью 1,84 г/см^3, разбавленная 1 : 1) и около 100 см^3 воды. Кипятят раствор несколько минут, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора содержит 1 мг марганца.

5.11 Калий марганцовокислый, титрованный раствор c ($^1/_5$ $KMnO_4$) ≈ 1 моль/дм^3.

Растворяют 3,20 г перманганата калия в 1 дм^3 воды, оставляют стоять в течение 6 дней, затем переливают в бутыль из темного стекла и перемешивают.

5.11.1 *Стандартизация по стандартному раствору марганца (5.10)*

Помещают 100 см^3 стандартного раствора марганца (5.10) в стакан вместимостью 500—800 см^3 и приливают при перемешивании 250 см^3 раствора пирофосфорнокислого натрия (5.3). Устанавливают pH раствора, равную 7,0, соляной кислотой (5.5) или раствором углекислого натрия (5.2), контролируя при помощи pH-метра или индикатора бромтимолового синего (5.12), титруют на pH-метре (6.1) раствором перманганата калия (5.11) до максимального отклонения стрелки вольтметра.

Проводят контрольный опыт без добавления стандартного раствора марганца.

Массовую концентрацию раствора перманганата калия C в граммах на кубический сантиметр рассчитывают по формуле

$$C = \frac{m_1}{V_1 - V_2},$$

где m_1 — масса марганца в аликвоте стандартного раствора марганца (5.10), г;

V_1 — объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование стандартного раствора марганца, см^3;

V_2 — объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3.

5.11.2 *Стандартизация по перманганату калия (5.9)*

Помещают 1,5 г перманганата калия (5.9) во фторопластовый или тефлоновый стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 30—40 см^3 воды и тщательно перемешивают. Приливают 20 см^3 соляной кислоты (5.4), закрывают часовым стеклом и нагревают. По окончании реакции часовое стекло снимают и обмывают водой. К охлажденному раствору добавляют 10 см^3 хлорной кислоты (5.7) и 20 см^3 фтористоводородной кислоты (5.6) и нагревают до появления белых паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 10 см^3 соляной кислоты (5.5) и нагревают до исчезновения розовой окраски раствора.

После охлаждения переливают раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают. Отбирают аликвоту 100 см^3 и помещают в стакан вместимостью 500—800 см^3, содержащий 250 см^3 раствора пирофосфорнокислого натрия (5.3) при перемешивании. Устанавливают pH раствора, равную 7,0 добавлением соляной кислоты (5.5) или раствора углекислого натрия (5.2), контролируя при помощи pH-метра или индикатора бромтимолового синего (5.12), титруют раствором перманганата калия (5.11), используя pH-метр (6.1), до максимального отклонения стрелки вольтметра.

Проводят контрольный опыт без добавления раствора перманганата калия.

Массовую концентрацию раствора перманганата калия C в граммах на кубический сантиметр рассчитывают по формуле

$$C = \frac{m_2 \cdot 0{,}3476}{V_3 - V_4},$$

где m_2 — масса перманганата калия в аликвоте раствора (5.9), взятого для титрования, г;

V_3 — объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование марганца, см^3;

V_4 — объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

0,3476 — коэффициент пересчета перманганата калия на марганец.

5.12 Бромтимоловый синий, индикатор, раствор 0,4 г/дм^3.

6 АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование и

6.1 pH-метр, снабженный одной из следующих пар электродов:

а) для потенциометрического титрования:

платина — насыщенный каломельный,

платина — вольфрамовый,

платина — платиновый;

б) для установки pH:

стеклянный — хлорсеребряный.

6.2 Платиновый тигель.

7 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб марганцевых руд проводят в соответствии с ИСО 4296-1 (см. ГОСТ 16598), приготовление проб — в соответствии с ИСО 4296-2 (см. ГОСТ 16598).

8. ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

8.1 Контрольный опыт

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

8.2 Разложение навески пробы

Помещают навеску пробы массой 1 г во фторопластовый или политетрафторэтиленовый стакан вместимостью 250—300 см^3, смачивают несколькими каплями воды, приливают 20 см^3 соляной кислоты (5.4) и 2—3 см^3 азотной кислоты (5.8), нагревают до прекращения выделения окислов азота и охлаждают.Прибавляют 10 см^3 хлорной кислоты (5.7), нагревают на слабой, затем на более горячей плите до разложения пробы. Охлаждают раствор, приливают 10 см^3 фтористоводородной кислоты (5.6) и выпаривают до появления белых паров хлорной кислоты. Отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, промывают теплой водой 10—12 раз. Фильтрат (А) сохраняют.

8.3 Обработка нерастворимого остатка

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, сжигают и сплавляют остаток с 2 г углекислого натрия (5.1) при 950—1000 °С. Охлаждают тигель с плавом, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты (5.4) и 30—40 см^3 воды, нагревают до растворения плава. Вынимают тигель, обмывают его водой над стаканом. Охлаждают раствор и присоединяют его к фильтрату А.

8.4 Титрование

Переливают объединенный раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвоту 100 см^3 и помещают в стакан вместимостью 500—800 см^3, содержащий 250 см^3 раствора пирофосфорнокислого натрия (5.3), при перемешивании.

Полученный раствор должен быть прозрачным. Если выпадает осадок, необходимо взять или меньшую аликвоту, или большее количество раствора пирофосфорнокислого натрия (5.3).

Устанавливают pH-раствора, равную 7,0, соляной кислотой (5.5) или раствором углекислого натрия (5.2), контролируя при помощи pH-метра или индикатора бромтимолового синего (5.12), и титруют раствором перманганата калия (5.11), используя pH-метр (6.1), до максимального отклонения стрелки вольтметра.

9 ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1 Расчет

Массовую долю марганца X_{Mn} в процентах по массе рассчитывают по формуле

$$X_{Mn} = \frac{C(V_5 - V_6) \cdot 100}{m_3} \cdot K,$$

где C — массовая концентрация раствора перманганата калия (5.11), г/см^3;

V_5 — объем раствора перманганата калия (5.11), израсходованный на титрование раствора пробы, см^3;

V_6 — объем раствора перманганата калия (5.11), израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

m_3 — масса навески руды или концентрата, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

K — коэффициент пересчета содержания марганца на содержание его в сухом материале.

9.2 Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать указанных в таблице.

Массовая доля марганца, % по массе	Допускаемое расхождение, % по массе	
	Три параллельных определения	Два параллельных определения
От 15 до 40 включ.	0,30	0,25
Св. 40 » 50 »	0,40	0,30
» 50	0,50	0,40

УДК 622.341.2 : 543.06 : 006.354 МКС 73.060 А39 ОКСТУ 0730

Ключевые слова: руды марганцевые, концентраты марганцевые, агломераты марганцевые, марганец общий, испытание

Редактор *Т.С. Шеко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 09.02.98. Подписано в печать 26.05.98. Усл. пе л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90.
Тираж 233 экз. С/Д 3081. Зак. 687.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102