

Изменение № 1 ГОСТ 22772.2—77 Руды марганцевые и концентраты. Метод определения содержания марганца (общего)

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.88 № 1490

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0730.

Наименование стандарта. Заменить слова: «и концентраты» на «концентраты и агломераты»; «and concentrates» на «concentrates and agglomerates».

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает потенциометрический метод определения марганца (общего) при массовой доле от 10 до 60 %».

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, л на дм³.

Раздел 2. Наименование и пункт 2.1 изложить в новой редакции:

«2. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

2.1. Для проведения анализа применяют:

весы аналитические с разновесами;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 1000—1100 °С;

pH-метр;

потенциометрическую установку для титрования;

бумагу индикаторную универсальную;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 и раствор концентрации 50 г/дм³;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

ацетон по ГОСТ 2603—79;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67, разбавленную 1:1 и 1:4;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

кислоту хлорную плотностью 1,51 г/см³;

натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342—77, раствор концентрации 120 г/дм³. Раствор готовят за 24 ч до применения;

бромтимоловый синий (индикатор) водный раствор концентрации 0,4 г/дм³;

марганец электролитический по ГОСТ 6008—75, степень чистоты не менее 99,9 %: 10 г электролитического марганца помещают в стакан вместимостью 400 см³, обрабатывают в течение нескольких минут поверхностный слой смесью 50 см³ воды и 5 см³ азотной кислоты до получения блестящей поверхности. Марганец промывают шесть раз водой, затем ацетоном и высушивают при 100 °С в течение 10 мин;

марганец электролитический, раствор концентрации 1 г/дм³, приготовленный следующим образом: 1 г электролитического марганца помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и около 100 см³ воды. Раствор кипятят несколько минут, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,001 г марганца;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, степень чистоты не менее 99,5 %, перекристаллизованный следующим образом: 250 г марганцовокислого калия помещают в стакан вместимостью 1000 дм³ и приливают 800 дм³ воды, нагретой до 90 °С. Раствор фильтруют под разряжением через тигли с фильтрующей стеклянной пластинкой № 3. Отфильтрованный раствор быстро охлаждают в ледяной воде 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 защи-

(Продолжение см. с. 56)

щенном от света месте предохраняя от пыли. Когда кристаллическая масса при раздавливании стеклянной палочкой перестает слипаться, ее высушивают при 80—100°C 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/дм³, приготовленный следующим образом: 1,8 г марганцовокислого калия растворяют в 1 дм³ воды и оставляют на 6 сут, затем сливают раствор через сифон в склянку из темного стекла.

Массовую концентрацию титрованного раствора марганцовокислого калия по электролитическому марганцу устанавливают следующим образом: отбирают аликвоту раствора электролитического марганца объемом 100 см³ в стакан вместимостью 400—500 см³, содержащий 150 см³ раствора пиррофосфорнокислого натрия. Устанавливают рН раствора равную 7, как указано в п. 3.1.3, и титруют раствором марганцовокислого калия в соответствии с п. 3.1.4.

Массовую концентрацию (С) титрованного раствора марганцовокислого калия в граммах марганца на кубический сантиметр, установленную по электролитическому марганцу, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески марганца, соответствующая аликвоте раствора, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора электролитического марганца, см³;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Массовую концентрацию титрованного раствора по марганцовокислому калию устанавливают следующим образом: навеску перекристаллизованного марганцовокислого калия массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 20—25 см³ воды и перемешивают. Приливают 10 см³ соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают. По окончании реакции стекло обмывают водой, к раствору приливают несколько капель азотной кислоты и раствор выпаривают досуха.

К сухому остатку приливают 5 см³ соляной кислоты и вновь раствор выпаривают досуха. Обработку сухого остатка соляной кислотой и выпаривание повторяют еще раз. Сухой остаток растворяют в 2 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и прибавляют 10—15 см³ воды. Полученный раствор переносят в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 150 см³ раствора пиррофосфорнокислого натрия. Устанавливают рН раствора равную 7, как указано в п. 3.1.3, и титруют раствором марганцовокислого калия в соответствии с п. 3.1.4.

Массовую концентрацию (С) титрованного раствора марганцовокислого калия в граммах марганца на кубический сантиметр, установленную по марганцовокислому калию, вычисляют 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, см³;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

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 п. 3.1 или п. 3.2.

Массовую концентрацию (С) титрованного раствора марганцовокислого ка-

(Продолжение см. с. 57)

лия в граммах марганца на кубический сантиметр, установленного по стандартному образцу, вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование раствора стандартного образца, см³;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Пункты 3.1, 3.2. Заменить слова: «руд и концентратов» на «материалов».

Пункты 3.1.3, 3.1.4 изложить в новой редакции: «3.1.3. Отбирают аликвоту раствора 100 см³, помещают при перемешивании в стакан вместимостью 400—500 см³, содержащий 150 см³ раствора пиррофосфорнокислого натрия. Устанавливают рН раствора равную 7 добавлением соляной кислоты, разбавленной 1:4, или раствора углекислого натрия (контролируют по рН-метру универсальной индикаторной бумаге или по индикатору бромтимоловому синему).

3.1.4. Полученный раствор титруют раствором марганцовокислого калия с помощью потенциометра с парой электродов: платина-платиновым, платина-вольфрамовым или платина-насыщенным каломельным до максимального скачка потенциала».

Пункт 3.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «руды или концентраты» на «пробы»;

четвертый абзац дополнить словами: «выпаривание с соляной кислотой повторяют до просветления раствора».

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22772.2—77)

Пункт 3.2.2 изложить в новой редакции: «3.2.2. Соли растворяют при нагревании в 2 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты, приливают 10—15 см³ воды и переносят полученный раствор в стакан вместимостью 400—500 см³, содержащий 150 см³ раствора пиррофосфорнокислого натрия. Раствор разбавляют водой примерно до 250 см³ и затем титруют раствором марганцовокислого калия, как указано в п. 3.1.4».

Пункты 4.1, 4.2 изложить в новой редакции: «4.1. Массовую долю марганца ($X_{\text{Мнобщ}}$) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация раствора марганцовокислого калия, г/см³;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли марганца на массовую долю его в сухом материале (ГОСТ 22772.0—77).

4.2. Допускаемые расхождения между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в таблице.

Массовая доля марганца, %	Допускаемое расхождение, %
От 10 до 20	0,20
Св. 20 до 50	0,3
» 50 » 60	0,4

(ИУС № 8 1988 г.)