НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

УДК 622.349.42 : 543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Методы определения закиси марганца

Titanomagnetite ores, ironvanadium concentrates, agglomerates and pellets
Methods for determination of manganese oxide

ГОСТ 18262.11—88

ОКСТУ 0729

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, железованадиевые концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения закиси марганца при массовой доле от 0,05 до 0,5%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием (натрием) в сернокислом растворе (с молярной концентрацией эквивалента 1—3,5 моль/дм³). Влияние железа устраняют добавлением фосфорной кислоты.

2.1 Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр (абсорбциометр)

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

Чашки и тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Чашки стеклоуглеродные

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172

Калий йоднокислый (периодат).

Натрий йоднокислый (периодат).

Марганец металлический по ГОСТ 6008 (степень чистоты не менее 99,9%)

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 (степень чистоты не менее 99,5%), перекристаллизованный следующим образом: 250 г марганцовокислого калия помещают в стакан вместимостью 1 дм³, приливают 800 см³ воды и нагревают до 90 °С. Раствор фильтруют с отсасыванием через воронку с пористой пластинкой. Стакан с отфильтрованным раствором быстро охлаждают в ледяной воде до 10 °С при энергичном перемешивании и дают осесть мелкокристаллическому осадку.

Раствор сливают, переносят кристаллическую массу на воронку с пористой стеклянной пластинкой и фильтруют с отсасыванием. Перекристаллизацию повторяют. Полученную кристаллическую массу переносят на стекло или в 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 негигроскопичен.

Кислота соляная по ГОСТ 3118

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1, 1:4 и 1:20.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь кислот: к 600 см³ воды при постоянном перемешивании приливают 100 см³ серной кислоты, охлаждают, приливают 150 см³ фосфорной кислоты и доливают водой до 1 дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 50 г/дм³.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А готовят двумя способами:

Способ 1: 10 г металлического марганца помещают в стакан вместимостью 400 см³ и обрабатывают в течение нескольких минут смесью 50 см³ воды и 5 см³ азотной кислоты до получения блестящей поверхности. Сливают раствор, промывают металл шесть раз дистиллированной водой , затем ацетоном и высушивают при 100 °С в сушильном шкафу в течение 10 мин. Навеску металлического марганца 0,1548 г помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, нагревают до появления паров серного ангидрида и продолжают нагревание еще в течение 10 мин. Стакан с остатком охлаждают, приливают 100 см³ воды, растворяют соли, переливают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают

Способ 2: 0,4456 г перекристаллизованного марганцовокислого калия помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают

10—12 см³ воды, 10 см³ соляной кислоты и выпаривают до образования солей. К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Соли растворяют в 10 см³ соляной кислоты, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, и выпаривают до появления паров серного ангидрида. Охлаждают, стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до появления паров серного ангидрида. Соли растворяют в 40—50 см³ воды, раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А соответствует 0,0002 г закиси марганца.

Раствор Б: 25 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора Б соответствует 0,00005 г закиси марганца.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески в зависимости от массовой доли закиси марганца приведена в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля закиси марганца, %	Масса навески, г
От 0,05 до 0,1	1,0
Св 0,1 » 0,3	0,5
» 0,3 » 0,5	0,3

Навеску помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, смачивают водой, приливают 5 см³ азотной кислоты, 15—20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 15—20 см³ фтористоводородной кислоты, и растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до появления паров серного ангидрида, охлаждают, обмывают стенки чашки водой и снова выпаривают до появления паров серного ангидрида (не следует допускать выделения обильных паров). Соли охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей и отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой. Остаток на фильтре промывают 4—5 раз теплой серной кислотой, разбавленной 1:20, и 3—4 раза теплой водой. Фильтрат сохраняют в качестве основного раствора.

2.2.2. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 500—600 °С. Тигель с остатком охлаждают, добавляют 2—3 г пиросернокислого калия и сплавляют при 650—700 °С. Плав выщелачивают в горячей воде в стакане вместимостью 250 см³. Тигель извлекают из стакана, об-

мывают его водой. Полученный раствор присоединяют к основному раствору.

2.2.3. Объединенный раствор выпаривают до 80 см³, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Отбирают аликвоту 20 см³ в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ смеси кислот, добавляют 0,3 г йоднокислого калия или натрия и перемешивают. Раствор нагревают до кипения и после появления окраски перманганат-иона, выдерживают при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 30 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 528 нм или на фотоэлектроколориметре в интервале длин волн 525—550 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Для учета влияния окраски ионов сопутствующих элементов к окрашенному раствору в мерной колбе прибавляют несколько капель раствора азотистокислого натрия (для восстановления перманганат-иона) до исчезновения розовой окраски (фоновый раствор).

Измерение оптической плотности фонового раствора проводят, как указано выше.

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

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом значений оптических плотностей фонового и контрольного растворов находят содержание закиси марганца по градуировочному графику.

2.2.5. Для построения градуировочного графика в шесть из семи конических колб вместимостью 100 см³ помещают 1; 2; 4; 6; 8 и 10 см³ стандартного раствора марганца Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040; 0,00050 г закиси марганца. Во все колбы приливают по 10—20 см³ воды, по 30 см³ смеси кислот, прибавляют по 0,3 г йоднокислого калия или натрия, перемешивают раствор и нагревают до кипения. После появления окраски перманганат-иона выдерживают при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 30 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.3.

Раствор седьмой колбы, не содержащий стандартного раствора марганца, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

По полученным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом значения оптической плот-