

ГОСТ 22772.4—96  
(ИСО 7990—85)

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 ЖЕЛЕЗА ОБЩЕГО

Издание официальное



БЗ 1—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
М и н с к

## 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 Республика Армения Республика Белоруссия Грузия Республика Казахстан Киргизская Республика Республика Молдова Российская Федерация Республика Таджикистан Туркменистан Украина	Азгосстандарт Армгосстандарт Госстандарт Белоруссии Грузстандарт Госстандарт Республики Казахстан Киргизстандарт Молдовастандарт Госстандарт России Таджикгосстандарт Главная государственная инспекция Туркменистана Госстандарт Украины

3 Приложение Б настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 7990—85 «Руды и концентраты марганцевые. Определение содержания общего железа. Титриметрический метод после восстановления и спектрофотометрический метод с применением сульфосалициловой кислоты»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 9 декабря 1997 г. № 402 межгосударственный стандарт ГОСТ 22772.4—96 (ИСО 7990—85) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22772.4—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

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 железа общего

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

---

Дата введения 1999—01—01

## 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает титриметрический метод определения общего железа при массовой доле от 1 до 25 % и фотометрический метод — при массовой доле от 0,2 до 2 %, а также методы определения по международному стандарту ИСО 7990 в соответствии с приложением Б.

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4220—75 Калий двухромовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 4463—76 Натрий фтористый. Технические условия
- ГОСТ 4478—78 Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия
- ГОСТ 4518—75 Аммоний фтористый. Технические условия
- ГОСТ 5230—74 Ртуть окись желтая. Технические условия
- ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
- ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
- ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
- ГОСТ 7172—76 Калий пироксернокислый
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 15054—80 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги
- 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

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22772.0.

#### 4 ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ БИХРОМАТНЫЙ МЕТОД

Метод основан на восстановлении трехвалентного железа раствором двухлористого олова или раствором двухлористого олова и раствором треххлористого титана в солянокислой среде до двухвалентного с последующим титрованием последнего раствором двуххромовокислого калия в присутствии дифениламинсульфоната натрия как индикатора.

Медь и мышьяк в количествах, содержащихся в марганцевых рудах, концентратах и агломератах, определению железа не мешают.

Влияние ванадия устраняется при восстановлении железа в слабосолянокислой (~ 1,7 моль/дм<sup>3</sup>) среде.

##### 4.1 Аппаратура и реактивы

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

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Железо карбонильное о. с. ч.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463 или аммоний фтористый по ГОСТ 4518.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Олово по ГОСТ 860 или олово гранулированное.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:2, 1:4, 1:50.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная плотностью 1,51 г/см<sup>3</sup> или плотностью 1,67 г/см<sup>3</sup>, разбавленная 1:1.

Смесь кислот: к 500 см<sup>3</sup> воды осторожно при перемешивании приливают 150 см<sup>3</sup> серной кислоты. После охлаждения приливают 150 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Ртуть хлорная (сулема), раствор 20 г/дм<sup>3</sup> или ртути окись желтая по ГОСТ 5230 или ртути окись красная, суспензия 20 г/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 30 г/дм<sup>3</sup>.

Олово двухлористое 2-водное, раствор А, 1000 г/дм<sup>3</sup>: 1000 г двухлористого олова растворяют при нагревании и перемешивании в 500 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют этой же кислотой до 1 дм<sup>3</sup>, прибавляют несколько гранул или кусочков (5—10 г) металлического олова, перемешивают. Хранят раствор в склянке с пробкой.

Раствор Б, 100 г/дм<sup>3</sup>: к 100 см<sup>3</sup> раствора А приливают 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают, или 10 г двухлористого олова растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Титан треххлористый, 2 %-ный раствор на соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220. Реактив квалификации «х. ч.» или «ч. д. а.», используемый для приготовления стандартного раствора, перекристаллизовывают следующим образом: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, нагревая до кипения. Энергично перемешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают чашку с раствором холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой пластинкой, сушат 2—3 ч при 100—105 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200 °С в течение 10—12 ч. Реактив квалификации «ч. д. а.» перекристаллизовывают два раза.

Стандартные растворы двуххромовокислого калия: 3,5116 г (для раствора А) и 1,7558 г (для раствора Б) двуххромовокислого калия перекристаллизованного и высушенного при 180—200 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup> и растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А соответствует 0,004 г железа;

1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,002 г железа.

Стандартный раствор железа 4 г/дм<sup>3</sup>: навеску карбонильного железа 4,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, в горловину колбы вставляют маленькую воронку. Приливают 110 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:2, небольшими порциями и нагревают до растворения навески. Охлаждают раствор и окисляют железо 5 см<sup>3</sup> пероксида водорода. Нагревают до кипения