

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

ГОСТ 11884.2—78

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

---

**КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ**

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАКИСИ МАРГАНЦА**

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
М о с к в а

**КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ**

Метод определения закиси марганца

Tungsten concentrate.

Method of determination of manganese protoxide

**ГОСТ****11884.2-78**

ОКСТУ 1709

**Дата введения 01.07.80**

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает объемный метод определения содержания закиси марганца при массовой доле ее от 0,5 до 18 % и фотоколориметрический метод при массовой доле до 2 %.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

- 1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27329.
- 1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 11884.15.
- 1.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 11884.15.
- 1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.
- 1.5. При разногласиях в оценке содержания закиси марганца при массовой доле ее до 2 % определение проводят фотоколориметрическим методом.

Разд. 1. (Измененная редакция, Изм. № 3).

**2. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД**

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного надсернокислым аммонием в горячем сернокислом растворе в присутствии азотнокислого серебра. Образовавшуюся марганцовую кислоту титруют солью Мора, используя в качестве комплексообразователя пирофосфат натрия.

- 2.1. Реактивы и растворы
  - 2.1.1. Для проведения анализа применяют:
    - кислоту соляную по ГОСТ 3118;
    - кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:1;
    - аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867 и раствор с массовой долей 5 % в азотной кислоте с массовой долей 2 % (по объему);
    - аммиак водный по ГОСТ 3760;
    - калий пиросернокислый по ГОСТ 7172;
    - кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1 и раствор с массовой долей 2 % (по объему);
    - натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342;
    - серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1 %;
    - аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478, раствор с массовой долей 30 %, свежеприготовленный;
    - калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 и раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;
  - 2.1.2. Титр раствора устанавливают по щавелевокислому натрию;

## С. 2 ГОСТ 11884.2—78

двойную сернокислую соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Титр раствора соли Мора устанавливают следующим образом: в колбу вместимостью 350 см<sup>3</sup> бюреткой отмеривают 10 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор соли Мора до обесцвечивания содержимого колбы и 5 см<sup>3</sup> в избыток. Затем раствор доливают водой до объема 175—180 см<sup>3</sup>, прибавляют 8 г пирофосфорнокислого натрия, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, нагревают до 80—90 °С, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора нацернокислого аммония и оставляют на 2—3 мин; затем кипятят в течение 10 мин и охлаждают в проточной воде. Образовавшуюся марганцовую кислоту титруют раствором соли Мора молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до обесцвечивания. Раствором сравнения служит вода в колбе из такого же стекла, как колба, в которой находится титруемый раствор.

Титр раствора соли Мора ( $T_1$ ), выраженный в граммах закиси марганца, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{T \cdot 10}{V},$$

где  $T$  — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в граммах закиси марганца;  
 $V$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

### 2.2. Проведение анализа

#### 2.2.1. Разложение вольфрамовых концентратов

2.2.1.1. Навеску концентрата массой 0,5—1,0 г (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 120—130 см<sup>3</sup> соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 2 ч на кипящей водяной бане или на слое асбеста, периодически помешивая содержимое стакана.

Таблица 1

Марка концентрата	Масса навески, г	Объем аликовой части раствора, см <sup>3</sup>
КВГ-В	0,5	50
КВГ-1	0,5	50
КВГ-2	0,5	50
КВГ-3	0,5	50
КВГ(К)-В	0,5	50
КВГ(К)-1	0,5	50
КШ-1	0,5	100
КМШ-1	1,0	100
КМШ-2	1,0	100
КМШ-3	1,0	100

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.2.1.2. Стекло снимают, обмывают водой над стаканом и выпаривают раствор до объема 15—20 см<sup>3</sup>, приливают 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты и снова выпаривают раствор до получения влажного остатка. Выпаривание повторяют еще два раза, прибавляя каждый раз по 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты. К полученному остатку, содержащему не более 1,5—2,0 см<sup>3</sup> азотной кислоты, прибавляют 50 см<sup>3</sup> горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 г азотнокислого аммония, нагревают раствор до кипения и охлаждают до комнатной температуры.

2.2.1.3. Раствор фильтруют через фильтр с синей лентой, уплотненной фильтробумажной массой. Стакан и осадок промывают 6—8 раз раствором азотнокислого аммония. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и сохраняют (раствор В).

2.2.1.4. Осадок вольфрамовой кислоты вместе с бумажной массой смывают струей воды (не более 15 см<sup>3</sup>) обратно в стакан, в котором проводилось разложение, прибавляют 15 см<sup>3</sup> аммиака и нагревают содержимое стакана на водяной бане до полного растворения вольфрамовой кислоты; фильтруют раствор через тот же фильтр, промывают нерастворимый остаток 5—6 раз водой, содержащей 2—3 % (по объему) аммиака. Фильтрат отбрасывают. Нерастворимый остаток вместе с фильтром помещают в фарфоровый тигель и озолят; прибавляют 5 г пирофернокислого калия и сплавляют при 450—500 °С. Плав выщелачивают 2 %-ной (по объему) серной кислотой при

длительном, но умеренном нагревании. Раствор фильтруют, собирая фильтрат в колбу, содержащую раствор В. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой.

2.2.1.5. Объединенный раствор в мерной колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup> доливают до метки водой и перемешивают. Пипеткой отбирают аликовотную часть (см. табл. 1) в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до появления густых белых паров.

2.2.2. Раствор охлаждают, приливают 4—5 см<sup>3</sup> воды и повторяют выпаривание в течение 5—6 мин. Остаток охлаждают и прибавляют 175—180 см<sup>3</sup> воды, 8 г пирофосфорнокислого натрия, 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, нагревают до 80—90 °С, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония, оставляют на 2—3 мин, кипятят в течение 10 мин и охлаждают в проточной воде.

Раствор титруют до обесцвечивания раствором соли Мора из бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup> в присутствии раствора сравнения, которым служит вода в колбе из такого же стекла, как колба, в которой находится титруемый раствор.

### 2.3. О б р а б о т к а р е з у л т а т о в

2.3.1. Массовую долю закиси марганца ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T_i \cdot V_i \cdot 250 \cdot 100}{V \cdot m},$$

где  $T_i$  — титр раствора соли Мора, выраженный в граммах закиси марганца;

$V_i$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

250 — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V$  — объем аликовотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески концентрата, г.

2.3.2. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ( $d_{cs}$ ) и воспроизведимости ( $d_{re}$ ), приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля закиси марганца, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{cs}$	$d_{re}$
От 0,50 до 1,00 включ.	0,05	0,09
Св. 1,00 » 2,00 »	0,10	0,20
» 2,00 » 5,00 »	0,15	0,25
» 5,0 » 12,5 »	0,2	0,3
» 12,5 » 20,0 »	0,3	0,5

(Измененная редакция, Изм. № 3).

### 3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на окислении периодатом калия двухвалентного марганца до семивалентного, окрашенного в малиновый цвет, и фотометрировании окрашенного раствора.

#### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М или КФК-2-УХЛ 4.2;

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:1;

аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 5 % в азотной кислоте с массовой долей 2 % (по объему);

амиак водный по ГОСТ 3760;

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172;

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1 и 2 %-ный (по объему) раствор;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;