УДК 622.361.2.001.4:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

Метод определения оксида марганца (II)

Concentrated kaolin.
Method for determination of manganese oxide (II)

ГОСТ
19609.7—89

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает фотометрический метод определения оксида марганца (II), основанный на окислении марганца до перманганат-иона в кислой среде периодатом калия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 19609.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электропечь сопротивления камерная, обеспечивающая нагрев до 900 °С.

Весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Чашки (тигли) платиновые по ГОСТ 6563.

Мешалка магнитная.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, высушенный при 150—170 °С.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при 360—380 °С.

Борно-содовая смесь для сплавления, приготовленная тщательным растиранием двух частей безводного углекислого натрия и одной части тетраборнокислого натрия. Смесь хранят в закрытой полиэтиленовой посуде.

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:5.
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.
Кислота серная по ГОСТ 4204.
Стандартные растворы марганца:
раствор А: 2,228 г марганцовокислого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А соответствует 1 мг оксида марганца (II);
раствор Б: отбирают 100 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует 0,1 мг оксида марганца (II).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают 0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,03; 0,05; 0,07; 0,10; 0,20 и 0,25 мг оксида марганца (II), доводят до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, применяя светофильтр с областью светопропускания 540—570 нм.

Раствором сравнения служит дистиллированная вода.

По данным оптических плотностей растворов и соответствующим им массам оксида марганца (II) в миллиграммах строят градуировочный график.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы каолина массой 1 г помещают в платиновую чашку (тигель), тщательно перемешивают с 3—4 г смеси для сплавления и сплавляют при 900—950 °С 10—15 мин. Сплав охлаждают и растворяют в 45—50 см³ разбавленной азотной кислоты, используя магнитную мешалку. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Полученный раствор используют для дальнейшего определения оксида марганца (II) и меди.

В стакан вместимостью 150 см³ отбирают аликвотную часть 50 см³ анализируемого раствора, приливают 15—20 см³ воды, 2 см³ серной кислоты, 5 см³ ортофосфорной кислоты, добавляют 0,2 г периодата калия, накрывают часовым стеклом, нагревают до кипения и выдерживают при температуре, близкой к кипению, 30 мин. Если после 30 мин нагревания окраска не появилась, добавляют еще 0,1 г периодата калия и нагревают 30 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре.

Раствором сравнения является раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора по градуировочному графику определяют массу оксида марганца (II) в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю оксида марганца (II) (X_{MnO}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{MnO} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса оксида марганца (II), найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,001 % при массовой доле оксида марганца (II) до 0,010 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **Н. М. Метальникова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.89 № 485

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19609.7—79**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 4199—76	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 12083—78	2
ГОСТ 19609.0—89	1
ГОСТ 24104—80	2

gost.e-ecolog.ru