УДК 622.349.21 : 546.712—31.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Метод определения оксида марганца (II)

Bauxite. Method for the determination of manganese oxide (II)

ГОСТ 14657.14—78

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.07.79
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли марганца в пересчете на оксид марганца (II) от 0,01 до 0,5%.

Метод основан на окислении марганца периодатом калия (натрия) до марганцовой кислоты в кислой среде при нагревании. Влияние железа устраняют фосфорной кислотой, которая также препятствует образованию периодата и йодата марганца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-26, СФ-16 или аналогичные.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 4-го классов точности.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 950°С.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:1.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—73.

Калий йоднокислый (периодат) или натрий йоднокислый; свежеприготовленный раствор с массовой долей 5%, готовят следующим образом: 5 г периодата калия или натрия растворяют в воде при нагревании, приливают 20 см³ азотной кислоты и воды до объема 100 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Вода без восстановителей, готовят следующим образом: к 1000 см³ воды приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до кипения, добавляют несколько кристаллов йоднокислого калия или натрия и кипятят в течение 10 мин.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 0,2228 г марганцовокислого калия растворяют в воде, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, приливают по каплям перекись водорода до обесцвечивания и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Остаток после охлаждения растворяют в воде, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,1 мг оксида марганца (II).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску боксита массой 0,1—0,2 г (в зависимости от массовой доли марганца) помещают в платиновую чашку, приливают 2 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают на песочной бане до влажных солей. Приливают еще раз 5 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. После охлаждения раствора добавляют 3 г пиросернокислого калия и сплавляют при 950°С до получения прозрачного плава. Плав охлаждают, смачивают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают и переносят содержимое чашки в коническую колбу вместимостью 150 см³, смывают чашку 3—4 раза водой, приливают воды до объема 50 см³ и растворяют при нагревании. К горячему раствору приливают 2 см³ азотной кислоты, 3 см³ ортофосфорной кислоты, 10 см³ раствора йоднокислого калия или натрия, кипятят до появления розовой окраски, затем выдерживают 30 мин при температуре, близкой к кипению, поддерживая объем раствора около 50 см³.

После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, предварительно обмытую водой, не содержащей

восстановителей, доливают такой же водой до метки и перемешивают.

Раствором сравнения служит вода.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 528 нм.

Одновременно через все стадии проводят контрольный опыт.

По величине оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массовую долю оксида марганца (II) по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для построения градуировочного графика в конические колбы вместимостью 150 см³ приливают из микробюретки 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 мг оксида марганца (II). Во все колбы приливают по 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, по 3 см³ ортофосфорной кислоты, воды до объема 50 см³, по 2 см³ азотной кислоты, по 10 см³ раствора йоднокислого калия или натрия и далее поступают, как указано в п. 3.1.

По величине оптической плотности испытуемого раствора и известным массовым долям оксида марганца (II) строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида марганца (II) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

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

m — масса навески боксита, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля оксида марганца (II) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,010 до 0,050 включ.	0,005	0,008
Св. 0,05 » 0,10 »	0,01	0,02
» 0,10 » 0,50 »	0,03	0,04

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л. С. Васильева, Т. И. Жилина, Е. Я. Гринькова, С. И. Медведева, Н. Ф. Парфенова, А. А. Диденко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.04.78 г. № 1113**

3. **Впервые**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 7172—76	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 24104—80	2

5. **Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2910**

6. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**

gost.e-ecolog.ru