УДК 622.354.3—492:546.712—31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Метод определения оксида марганца (II)

Talc and talcomagnesite.
Method for determination
of manganese (II) oxide

ГОСТ 19728.9—88

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.89
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает фотометрический метод определения оксида марганца (II).

Сущность метода заключается в окислении марганца до перманганат-иона в кислой среде периодатом калия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 19730—74.

1.2. Общие требования к методу определения оксида марганца (II) — по ГОСТ 19728.0—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электропечь сопротивления камерная по ГОСТ 13474—79, обеспечивающая нагрев до 900°С.

Весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104—80.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78.

Чашки (тигли) платиновые по ГОСТ 6563—75.

Мешалка магнитная.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, высушенный при 150—170°С.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при 360—380°С.

gost.e-ecolog.ru

Смесь борно-содовая для сплавления, приготовленная тщательным растиранием двух частей безводного углекислого натрия и одной части тетраборнокислого натрия с добавлением 10 г растертого азотнокислого аммония на 100 г смеси. Смесь хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1 : 5.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 10678—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Периодат калия (калий иоднокислый).

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Стандартные растворы марганца:

раствор А: 2,2280 г марганцовокислого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора А соответствует 1 мг оксида марганца (II);

раствор Б: отбирают 10 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б соответствует 0,01 мг оксида марганца (II).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы талька или талькомагнезита массой 1 г помещают в платиновую чашку (тигель), перемешивают с 3—4 г смеси для сплавления и сплавляют при 850—900°С 10—15 мин. Сплав охлаждают и растворяют в 45—50 см^3 азотной кислоты (1 : 5), используя магнитную мешалку. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Полученный раствор используют для дальнейшего определения оксида марганца (II) и меди.

В стакан вместимостью 150 см^3 отбирают аликвотную часть 50 см^3 анализируемого раствора, приливают 15—20 см^3 воды, 2 см^3 серной кислоты, 5 см^3 фосфорной 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 см^3, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 540—570 нм, в кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта. По величине оптической плотности по градуировочному графику находят массу оксида марганца (II), в миллиграммах.

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают 3, 5, 7, 10, 15, 20 и 25 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,03; 0,05; 0,07; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 мг оксида марганца (II), доводят до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность относительно раствора, не содержащего оксида марганца (II), в кювете толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, применяя светофильтр с областью светопропускания 540—570 нм.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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.

4.2. 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), **С. Н. Шевцова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.02.88 № 319

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19728.9—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	2.1
ГОСТ 4199—76	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 10678—76	2.1
ГОСТ 12083—78	2.1
ГОСТ 13474—79	2.1
ГОСТ 19728.0—74	1.2
ГОСТ 19730—74	1.1
ГОСТ 22867—77	2.1
ГОСТ 24104—80	2.1

gost.e-ecolog.ru