УДК 622.341.2:546.284—31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Методы определения содержания двуокиси марганца

Manganese ores and concentrates.
Methods for the determination of manganese dioxide

ГОСТ 22772.3—77

Взамен ГОСТ 12310—66

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 ноября 1977 г. № 2625 срок действия установлен

с 01.01.1979 г.
до 01.01.1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды и концентраты и устанавливает объемные методы определения массовой доли двуокиси марганца при массовой доле ее в рудах или концентратах от 8,0% и выше.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22772.0—77.

2. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ МАРГАНЦА ВОССТАНОВЛЕНИЕМ ЩАВЕЛЕВОЙ КИСЛОТОЙ

Метод основан на восстановлении в процессе растворения двуокиси марганца, содержащейся в марганцевой руде или концентрате, эквивалентным количеством щавелевокислого натрия и титровании его избытка раствором марганцовокислого калия.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

весы аналитические с разновесами;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839—77;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:7;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, титрованный раствор концентрации 12 г/л, приготовленный следующим обра-

gost.e-ecolog.ru

зом: 12 г марганцовокислого калия растворяют в 1 л воды. Раствор оставляют на 6 сут, затем сливают через сифон в банку из темного стекла.

Титр раствора марганцовокислого калия по щавелевокислому натрию устанавливают следующим образом: навеску щавелевокислого натрия массой 1,0000 г, высушенного при 105—110°С, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 100 мл разбавленной 1:7 серной кислоты, нагревают до 85—90°С и титруют раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски, сохраняющейся в течение 20 с.

Титр раствора марганцовокислого калия (T) в граммах на миллилитр раствора вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0{,}6487}{V},$$

где m — масса навески щавелевокислого натрия, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, мл;

0,6487 — коэффициент пересчета щавелевокислого натрия на двуокись марганца.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску марганцевой руды или концентрата массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, в которую предварительно помещают 1,0000 г щавелевокислого натрия, и добавляют 0,5 г фтористого натрия (для труднорастворимых руд и концентратов). Затем приливают 100 мл разбавленной 1:7 серной кислоты, нагретой до 60—70°С. Содержимое колбы перемешивают, накрывают часовым стеклом, нагревают до 85—90°С и выдерживают при этой температуре в течение 20—30 мин до исчезновения темноокрашенных частиц, поддерживая постоянный объем раствора добавлением теплой воды.

Полученный горячий раствор (85—90°С), содержащий избыток щавелевокислого натрия, быстро титруют раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски, сохраняющейся в течение 20 с.

2.2.2. Контрольный опыт проводят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 0,5 г фтористого натрия, 1,0000 г щавелевокислого натрия, приливают 100 мл разбавленной 1:7 серной кислоты, нагревают до 85—90°С и титруют раствором марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски, сохраняющейся в течение 20 с.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{T(V-V_1)\cdot 100\cdot K}{m},$$

где T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в граммах двуокиси марганца на миллилитр раствора;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка щавелевокислого натрия в анализируемом растворе, мл;

m — масса навески руды или концентрата, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли двуокиси марганца на массовую долю ее в сухом материале (см. ГОСТ 22772.0—77).

3. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ МАРГАНЦА ВОССТАНОВЛЕНИЕМ СЕРНОКИСЛОЙ СОЛЬЮ ДВУХВАЛЕНТНОГО ЖЕЛЕЗА

(для руд и концентратов, не содержащих двухвалентное железо)

Метод основан на восстановлении в процессе растворения двуокиси марганца, содержащейся в марганцевой руде или концентрате, эквивалентным количеством двойной сернокислой соли закиси железа-аммония и титровании избытка закиси железа-аммония раствором двухромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламинсульфоната натрия.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

весы аналитические с разновесами;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:7;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—58, разбавленную 1:1;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, титрованный 0,2 н. раствор, приготовленный следующим образом: 9,8072 г двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180—200°С, растворяют в 100 мл воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора соответствует 0,008693 г двуокиси марганца;

соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор концентрации 60 г/л, приготовленный следующим образом: 60 г соли Мора растворяют в 1 л разбавленной 1:7 серной кислоты;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

натрий дифениламиносульфонат (индикатор), раствор 0,8 г/л;

натрий углекислый по ГОСТ 83—63.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску марганцевой руды или концентрата массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 0,5 г фтористого натрия (для труднорастворимых руд и концентратов) и 1 г углекислого натрия. Из бюретки приливают 50 мл соли Мора, 20 мл разбавленной 1:7 серной кислоты. Затем небольшими порциями добавляют еще 1 г углекислого натрия, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают содержимое колбы до полного растворения навески.

3.2.2. Содержимое колбы охлаждают, приливают 20 мл разбавленной 1:1 ортофосфорной кислоты, 2 мл индикатора, доливают водой до объема 150 мл и оттитровывают избыток закиси железа-аммония раствором двухромовокислого калия до появления устойчивой сине-фиолетовой окраски.

3.2.3. Контрольный опыт проводят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 0,5 г фтористого натрия, 1 г углекислого натрия, из бюретки при перемешивании приливают 50 мл соли Мора и 20 мл разбавленной 1:7 серной кислоты. Затем небольшими порциями прибавляют 1 г углекислого натрия, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают раствор до кипения. Раствор охлаждают, приливают 20 мл разбавленной 1:1 ортофосфорной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 3.2.2.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю двуокиси марганца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T(V - V_1) \cdot 100 \cdot K}{m},$$

где T — титр раствора двухромовокислого калия, выраженный в граммах двуокиси марганца на миллилитр раствора;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование избытка двойной сернокислой соли закиси железа-аммония в анализируемом растворе, мл;

m — масса навески руды или концентрата, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли двуокиси марганца на массовую долю ее в сухом материале (см. ГОСТ 22772.0—77).

3.3.2. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице.

Массовая доля двуокиси марганца, %	Допускаемое расхождение, %
От 8,0 до 20,0	0,20
Св. 20,0 » 40,0	0,30
» 40,0 » 60,0	0,40
» 60,0 » 90,0	0,50

Изменение № 1 ГОСТ 22772.3—77 Руды марганцевые и концентраты. Методы определения содержания двуокиси марганца

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.08.81 № 3694 срок введения установлен

с 01.01.82

На обложке и первой странице обозначение стандарта дополнить обозначением: **(СТ СЭВ 1206—78)**.

Вводную часть изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает объемные методы определения массовой доли двуокиси марганца при массовой доле ее в рудах, концентратах или агломератах от 8% и выше.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1206—78».

Пункт 2.1.1 дополнить новым абзацем:

(Продолжение см. стр. 44)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22772.3—77)

«Титр раствора марганцовокислого калия по стандартному образцу марганцовой руды, близкой по содержанию двуокиси марганца к анализируемой пробе, устанавливают по п. 2.2.1 и вычисляют по формуле

$$T=\frac{A\cdot m}{V\cdot 100},$$

где

T — титр раствора марганцовокислого калия, г/см^3;

A — массовая доля двуокиси марганца в стандартном образце, %;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески стандартного образца, г».

Пункт 3.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80, ГОСТ 83—63 на ГОСТ 83—79.

(ИУС № 10 1981 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 22772.3—77 Руды марганцевые и концентраты. Методы определения содержания двуокиси марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.88 № 1491

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0730.

Наименование стандарта. Заменить слова: «и концентраты» на «концентраты и агломераты»; «and concentrates» на «concentrates and agglomerates».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает титриметрические методы определения двуокиси марганца при массовой доле от 5 до 95 %».

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Разделы 2, 3. Наименование. Заменить слово: «объемный» на «титриметрический».

Пункт 2.1.1. Шестой абзац дополнить словами: «Массовую концентрацию титрованного раствора устанавливают по щавелевокислому натрию или по стандартному образцу»;

седьмой, восьмой абзацы. Заменить слово и обозначение: «титр» на «массовую концентрацию», T на C;

последний абзац изложить в новой редакции: «Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия по стандартному образцу устанавливают сле-

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22772.3—77)

дующим образом: навеску стандартного образца марганцевой руды, концентрата или агломерата с близким содержанием двуокиси марганца, относящегося к тому же типу руды, что и анализируемая проба, проводят через все стадии анализа в соответствии с пп. 2.2.1 и 2.2.2.

Массовую концентрацию (C) раствора марганцовокислого калия в граммах двуокиси марганца на кубический сантиметр, установленную по стандартному образцу, вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где A — массовая доля двуокиси марганца в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, $см^3$;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка щавелевокислого натрия в растворе стандартного образца, $см^3$».

Пункты 2.2.1, 2.3.1, 3.2.1, 3.3.1. Заменить слова: «марганцевой руды или концентрата» на «пробы».

Пункты 2.3.1, 3.3.1. Заменить обозначения и слово: X на X_{MnO_2}, T на C, «титр» на «массовая концентрация».

(Продолжение см. с. 59)

Раздел 2 дополнить пунктом — 3.3.2: «2.3.2. Допускаемые расхождения между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в таблице (п. 3.3.2)».

Раздел 3. Исключить слова: «(для руд и концентратов, не содержащих двухвалентное железо)».

Пункт 3.1.1. Пятый абзац изложить в новой редакции: «калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, титрованный раствор, приготовленный следующим образом: 9,8072 г двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180—200 °С, растворяют в 100 см³ воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,008693 г двуокиси марганца»;

дополнить абзацами (после пятого):

«Массовую концентрацию раствора двухромовокислого калия по стандартному образцу устанавливают следующим образом: навеску стандартного образца марганцевой руды, концентрата или агломерата с близкими содержанием двуокиси марганца, относящегося к тому же типу руды, что и анализируемая проба, проводят через все стадии анализа в соответствии с пп. 3.2.1—3.2.3.

Массовую концентрацию (C) раствора двухромовокислого калия в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C=\frac{A\cdot m}{(V-V_1)\cdot 100},$$

(Продолжение см. с. 60)

где A — массовая доля двуокиси марганца в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, см³».

Пункт 3.3.2. Исключить слово: «параллельных»;

таблицу изложить в новой редакции:

Массовая доля двуокиси марганца, %	Допускаемое расхождение, %
От 5 до 10	0,10
Св. 10 » 20	0,20
» 20 » 40	0,3
» 40 » 60	0,4
» 60 » 95	0,5

(ИУС № 8 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru