УДК 622.341.2+622—15+622—188:546.11.001.4

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ Потенциометрический метод определения общего содержания марганца	СТ СЭВ 462—77 Взамен РС 803—67 Группа А39

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает потенциометрический метод определения в них общего содержания марганца от 15 % и выше.

При проведении анализа необходимо выполнять общие требования по СТ СЭВ . . .*.

Метод применяется в качестве арбитражного.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

После кислотного разложения пробы и сплавления нерастворимого остатка устанавливают pH раствора 7 и титруют марганец в пирофосфатной среде марганцовокислым калием потенциометрическим методом.

2. АППАРАТУРА

2.1. Установка для потенциометрического титрования с парой электродов: платинонасыщенный каломельный или платиновольфрамовый.

2.2. pH-метр.

3. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

3.1. Кислота соляная d 1,19 и раствор 1+4.

3.2. Кислота азотная d 1,40.

3.3. Кислота серная d 1,84 и раствор 1+1.

3.4. Кислота фтористоводородная d 1,13.

3.5. Натрий углекислый, безводный.

3.6. Натрий углекислый, 5 %-ный раствор.

---

* См. информационное приложение.

Постоянной Комиссией по стандартизации
Улан-Батор, июнь 1977 г.

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках конвенции о применении стандартов СЭВ

gost.e-ecolog.ru

3.7. Натрий пирофосфорнокислый ($Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$), 12 %-ный свежеприготовленный раствор.

3.8. Натрий фтористый.

3.9. Ацетон.

3.10. Бромтимоловый синий, 0,04 %-ный раствор.

3.11. Калий марганцовокислый, перекристаллизованный.

3.12. Марганец металлический

10 г металлического марганца помещают в стакан емкостью 400 см³, обрабатывают поверхностный слой в течение нескольких минут в смеси 50 см³ воды и 5 см³ азотной кислоты до получения блестящей поверхности. Обработанный марганец промывают шесть раз водой, затем ацетоном и высушивают при 100°С в течение 10 мин.

3.13. Марганец, раствор

1,000 г металлического марганца помещают в стакан емкостью 400 см³, растворяют в 20 см³ серной кислоты 1+1 и около 100 см³ воды. Полученный раствор кипятят несколько минут, охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г марганца.

3.14. Калий марганцовокислый, раствор приблизительно 0,1 н.

3,2 г марганцовокислого калия растворяют в 1000 см³ воды.

Раствор оставляют на 6 суток в склянке из темного стекла. Перед установлением титра фильтруют через стеклянный фильтр. Титр раствора марганцовокислого калия устанавливают по металлическому марганцу.

100 см³ раствора марганца приливают в стакан емкостью около 600 см³, затем добавляют при перемешивании 250 см³ раствора пирофосфорнокислого натрия. Добавлением соляной кислоты 1+4 или раствора углекислого натрия устанавливают pH раствора 7 (контроль по pH-метру или индикатору бромтимоловому синему) и титруют раствором марганцовокислого калия приблизительно 0,1 н. с помощью потенциометра с парой электродов до максимального скачка потенциала. Титр раствора марганцовокислого калия по марганцу в г/см³ вычисляют по формуле

$$T = \frac{G}{V_1 - V_2},$$

где G — масса навески марганца, соответствующая аликвотной части раствора, г;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора металлического марганца, см³;

V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

1,0000 г пробы помещают в стакан емкостью около 300 см³, прибавляют 0,5 г фтористого натрия, 30 см³ соляной кислоты *d* 1,19 и растворяют при слабом нагревании до перехода темно-бурой окраски раствора в светло-желтую. После растворения навески прибавляют 5—10 капель азотной кислоты *d* 1,40, кипятят до удаления окислов азота и затем выпаривают до образования влажных солей. Прибавляют 20 см³ соляной кислоты *d* 1,19, 30—40 см³ воды и раствор нагревают при перемешивании до растворения солей. Если при разложении не остается нерастворимого остатка, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Если после разложения остается нерастворимый остаток, его отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают 10—12 раз теплой водой (*фильтрат А*). *Фильтрат А сохраняют.*

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и сплавляют с 2 г углекислого натрия при температуре около 1000°С. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан емкостью 250 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты *d* 1,19,30—40 см³ воды и нагревают до растворения плава. Тигель удаляют из стакана и обмывают водой. Раствор охлаждают и присоединяют к фильтрату А. Полученный раствор переливают в мерную колбу емкостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора 100 см³ и вливают при непрерывном перемешивании в стакан емкостью около 600 см³, содержащий 250 см³ раствора пирофосфорнокислого натрия.

Полученный раствор должен быть прозрачным. Если образуется осадок, то необходимо брать меньшую аликвотную часть раствора или большее количество пирофосфорнокислого натрия. Добавлением соляной кислоты 1+4 или раствора углекислого натрия устанавливают pH раствора 7 (контроль по pH-метру или индикатору бромтимоловому синему), затем титруют соответствующим раствором марганцовокислого калия с помощью потенциометра с парой электродов до максимального скачка потенциала.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Общее содержание марганца (Mn) в процентах вычисляют по формуле

$$Mn = \frac{T(V_1 - V_2) \cdot 100}{G} \cdot K,$$

где T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в г марганца на см^3 раствора;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы, см^3;

V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

G — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г;

K — коэффициент пересчета содержания марганца на содержание его в сухом материале.

5.2. Расхождения результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание марганца, %	Допускаемые расхождения, % (абс)
От 15 до 40	0,25
Свыше 40 » 50	0,30
» 50	0,40

Конец

ИНФОРМАЦИОННОЕ ПРИЛОЖЕНИЕ

До утверждения соответствующего стандарта СЭВ данные требования выполняют согласно РС 295—65.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация СССР в Постоянной Комиссии по стандартизации.
2. Тема 01.124.02—75.
3. Стандарт СЭВ утвержден на 41-м заседании ПКС.
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны—члены СЭВ	Срок начала применения стандарта СЭВ в договорно правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	Срок начала применения стандарта СЭВ в народном хозяйстве
НРБ	Январь 1979 г.	Январь 1979 г.
ВНР	Январь 1980 г.	Январь 1980 г.
ГДР	Январь 1980 г.	Январь 1980 г.
Республика Куба		
МНР		
ПНР	Январь 1980 г.	Январь 1980 г.
СРР	Январь 1981 г.	—
СССР	Январь 1978 г.	Январь 1979 г.
ЧССР	Январь 1979 г.	Январь 1979 г.

5. Срок первой проверки — 1985 г., периодичность проверки — 7 лет.

gost.e-ecolog.ru