МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Определение оксида марганца (II)

Издание официальное

БЗ 1—2000/771

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 13 «Неметаллоруд»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24 мая 2001 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 июля 2001 г. № 300-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.9—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2002 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Аппаратура, реактивы и растворы 1
5 Подготовка к анализу 2
6 Проведение анализа 2
7 Обработка результатов 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Определение оксида марганца (II)

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

Дата введения 2002—03—01

1 Область применения

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.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 19728.0—2001 Тальк и талькомагнезит. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 19730—74 Тальк и талькомагнезит. Метод отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22867—77 Аммоний азотнокислый. Технические условия

3 Общие требования

3.1 Отбор проб — по ГОСТ 19730.

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

4 Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь сопротивления камерная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до 900 °С.

Фотоэлектроколориметр.

Мешалка магнитная.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Издание официальное

Чашки (тигли) платиновые по ГОСТ 6563.

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

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

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 закрытой полиэтиленовой посуде.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:5.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

Периодат калия (калий иоднокислый) по НД.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Стандартные растворы оксида марганца (II):

Раствор А: 2,228 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).

5 Подготовка к анализу

5.1 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ отбирают 3, 5, 7, 10, 15, 20 и 25 $см^3$ 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), на фотоэлектроколориметре в кюветах толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, применяя светофильтр с областью светопропускания 540 — 570 нм.

5.2 Строят градуировочный график зависимости оптических плотностей растворов от соответствующих им масс оксида марганца (II) в миллиграммах.

6 Проведение анализа

6.1 Навеску пробы микроталька, талька или талькомагнезита массой 1 г помещают в платиновую чашку (тигель), перемешивают с 3 — 4 г смеси для сплавления и сплавляют 10 — 15 мин при температуре (875 ± 25) °С. Сплав охлаждают и растворяют в 45 — 50 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:5, используя магнитную мешалку. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

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

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают аликвотную часть 50 $см^3$ анализируемого раствора, приливают 15 — 20 $см^3$ воды, 2 $см^3$ серной кислоты, 5 $см^3$ 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, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, как указано в 5.1.

6.2 В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По оптической плотности по градуировочному графику находят массу оксида марганца (II) в миллиграммах.

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю оксида марганца (II) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{V_1 m 1000}, \quad (1)$$

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

V — объем исходного раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

7.2 Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,001 % при массовой доле оксида марганца (II) до 0,010 %.

УДК 622.354.3-492:546.723-31.06:006.354 МКС 73.080 А59 ОКСТУ 5709

Ключевые слова: тальк, талькомагнезит, микротальк, оксид марганца, фотометрический метод определения

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 27.08.2001. Подписано в печать 28.09.2001. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,43. Тираж 254 экз. С 2254. Зак. 920.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru