ГОСТ 28069—89

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНАТНОГО МАРГАНЦА

Издание официальное

БЗ 1—2005

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.341.2-15.001.4:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Метод определения карбонатного марганца

ГОСТ 28069—89

Manganese ores and concentrates.
Method for demermination of carbonate manganese

МКС 73.060.20
ОКСТУ 0709

Дата введения 01.01.90

Настоящий стандарт распространяется на марганцеворудную продукцию (далее — руда) и устанавливает метод определения карбонатного марганца (при массовой доле его от 5 % до 35 %), основанный на селективном растворении карбонатов марганца в разбавленной азотной кислоте и последующем определении в фильтрате массовой доли марганца потенциометрическим методом.

Стандарт предназначен для испытательно-исследовательских работ.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22772.0.

2. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

2.1. Отбор проб — по ГОСТ 16598.

2.2. Подготовка проб заключается в доизмельчении пробы до крупности не более 0,1 мм.

3. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

3.1. Для проведения анализа применяют:
весы аналитические с разновесами;
аппарат для перемешивания жидкости в лабораторной посуде;
потенциометрическую установку для титрования:
кислоту азотную по ГОСТ 4461 и раствор 0,2 моль/дм^3;
кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1 и 1:4;
натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342, раствор 120 г/дм^3;
бумагу индикаторную универсальную;
калий марганцовокислый по ГОСТ 20490;
натрий фтористый по ГОСТ 4463;
натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор 50 г/дм^3;
индикатор бромтимоловый синий водный раствор, 0,4 г/дм^3;
калий марганцовокислый со степенью чистоты не менее 99,5 %, перекристаллизованный следующим образом: 250 г марганцовокислого калия помещают в стакан вместимостью 1000 см^3 и приливают 800 см^3 воды, нагретой до 90 °С. Раствор фильтруют под разряжением через тигли с фильтрующей стеклянной пластинкой № 3. Раствор охлаждают и дают выпавшему осадку отстояться. Затем раствор сливают, кристаллическую массу переносят в тигель и отсасывают. Перекристаллизацию повторяют. Кристаллическую массу переносят на стекло или в фарфоровую чашку и сушат сначала на воздухе в темном месте, затем в сушильном шкафу при 80 °С—100 °С в течение 2—3 ч.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989
© Стандартинформ, 2007

Хранят перекристаллизованный калий марганцовокислый в банке из темного стекла с притертой пробкой;

титрованный раствор марганцовокислого калия;

раствор с массовой концентрацией 1,8 г/дм^3: 1,8 г марганцовокислого калия растворяют в 1 дм^3 воды и оставляют на 6 сут. Затем сливают через сифон в склянку из темного стекла.

Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия по марганцовокислому калию устанавливают по ГОСТ 22772.2 следующим образом: навеску марганцовокислого калия массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3, приливают 20—25 см^3 воды и перемешивают. Затем приливают 10 см^3 соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают. По окончании реакции стекло обмывают водой над стаканом, к раствору приливают несколько капель азотной кислоты и раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 5 см^3 соляной кислоты 1:1 и снова выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 соляной кислоты 1:1, стенки стакана обмывают струей воды и приливают 100 см^3 раствора пирофосфата натрия, устанавливают pH раствора, равную 7. К раствору доливают воды до объема 150 см^3 и титруют раствором марганцовокислого калия на потенциометрической установке.

Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия (G) в граммах на сантиметр кубический раствора вычисляют по формуле

$$G = \frac{m \cdot 0{,}3476}{V - V_1},$$

где m — масса навески марганцовокислого калия, г;

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

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

0,3476 — коэффициент пересчета марганцовокислого калия на марганец.

Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия по стандартному образцу марганцевой руды устанавливают следующим образом: навеску образца массой 0,1—0,2 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, добавляют 0,2 г фтористого натрия, если необходимо, и растворяют при слабом кипении до просветления раствора. К раствору прибавляют несколько капель азотной кислоты, кипятят, затем выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 2 см^3 соляной кислоты и вновь раствор выпаривают. Далее поступают так, как описано при установлении массовой концентрации раствора по марганцовокислому калию.

Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия (G) в граммах на сантиметр кубический раствора вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески, г;

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

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску руды массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 50 см^3 раствора азотной кислоты (0,2 моль/дм^3), предварительно нагретого до 35 °С—40 °С, закрывают колбу пробкой и перемешивают 10—15 мин.

4.2. Раствор фильтруют через плотный фильтр в стакан вместимостью 300 см^3, остаток и фильтр промывают 5—6 раз дистиллированной водой. К фильтрату приливают 5 см^3 разбавленной 1:1 соляной кислоты и выпаривают раствор досуха. Для полного удаления следов азотной кислоты операцию выпаривания повторяют.

4.3. Соли растворяют при нагревании в 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, стенки стакана обмывают струей воды и приливают 100 см^3 раствора пирофосфата натрия. Устанавливают pH раствора, равную 7, добавлением соляной кислоты, разбавленной 1:4, или раствора углекислого натрия (контроль по универсальной индикаторной бумаге или по индикатору бромтимоловому синему).

4.4. К раствору доливают воды до объема 150 см^3 и титруют раствором марганцовокислого калия на потенциометрической установке с парой электродов; платино-вольфрамовым или платино-платиновым.

Перед титрованием в стакан с раствором опускают мешалку и электроды, включают электродвигатель и регулируют обороты мешалки так, чтобы жидкость энергично перемешивалась. Раствор марганцовокислого калия приливают сначала струей, наблюдая за показаниями гальванометра. Когда стрелка гальванометра начинает заметно колебаться, раствор добавляют по каплям до первого устойчивого отклонения стрелки.

Параллельно проводят титрование раствора реактивной пробы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю карбонатного марганца (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где G — массовая концентрация раствора марганцовокислого калия по марганцу, г/см^3;

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

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

m — масса навески, г.

5.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля карбонатного марганца, %	Допустимое расхождение, %
От 5 до 10 включ.	0,15
Св. 10 » 20 »	0,20
» 20 » 35 »	0,30

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.03.89 № 753**

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	3.1
ГОСТ 342—77	3.1
ГОСТ 3118—77	3.1
ГОСТ 4461—77	3.1
ГОСТ 4463—76	3.1
ГОСТ 16598—80	2.1
ГОСТ 20490—75	3.1
ГОСТ 22772.0—96	1
ГОСТ 22772.2—96	3.1

4. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2007 г.**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 22.12.2006. Подписано в печать 07.02.2007. Формат 60 × 84 $^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 55 экз. Зак. 101. С 3673.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru