ГОСТ 14657.14—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения оксида марганца (II)

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом 99 «Алюминий», Всероссийским алюминиево-магниевым институтом (АО ВАМИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.14—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.14—78

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения оксида марганца (II)

Bauxite. Methods for determination of manganese oxide (II) content

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения оксида марганца (II) при массовой доле его от 0,1 % до 0,5 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 612—75 Марганец (II) хлористый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4038—79 Никеля (II) хлорид 6-водный. 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 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки
ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа
ГОСТ 14657.2—96 (ИСО 6607—85) Боксит. Методы определения диоксида кремния
ГОСТ 20490—75 Калий марганцевокислый. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Фотометрический метод

Метод основан на окислении марганца перйодатом калия (натрия) до марганцевой кислоты в кислой среде при нагревании. Влияние железа устраняют фосфорной кислотой, которая также препятствует образованию перйодата и йодата марганца.

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.
Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1 : 1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, раствор 1 : 1.

Издание официальное

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Калий йоднокислый (перйодат) или натрий йоднокислый: свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %: 5 г перйодата калия или натрия растворяют в воде при нагревании, приливают 20 $см^3$ азотной кислоты и воды до объема 100 $см^3$.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Вода, не содержащая восстановителей: к 1000 $см^3$ воды приливают 5 $см^3$ раствора серной кислоты, нагревают до кипения, добавляют несколько кристаллов йоднокислого калия или натрия и кипятят 10 мин.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: 0,2228 г марганцевокислого калия растворяют в воде, приливают 20 $см^3$ раствора серной кислоты, нагревают, приливают по каплям раствор пероксида водорода до обесцвечивания и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Остаток после охлаждения растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,0001 г оксида марганца (II).

Раствор Б: пипеткой отбирают 25 $см^3$ раствора А в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,00001 г оксида марганца (II).

4.2 Проведение анализа

4.2.1 Навеску боксита массой 0,1—0,2 г (в зависимости от массовой доли марганца) помещают в платиновую чашку, приливают 2 $см^3$ раствора серной кислоты, 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты и выпаривают на песчаной бане до влажных солей. Приливают еще раз 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. После охлаждения добавляют 3 г пиросернокислого калия и сплавляют при температуре 950 °С до получения прозрачного плава. Плав охлаждают, смачивают 10 $см^3$ раствора серной кислоты, нагревают и переносят содержимое чашки в коническую колбу вместимостью 150 $см^3$, смывают чашку 3—4 раза водой, приливают воды до объема приблизительно 35 $см^3$ и растворяют при нагревании. К горячему раствору приливают 2 $см^3$ азотной кислоты, 3 $см^3$ раствора ортофосфорной кислоты, 10 $см^3$ раствора йоднокислого калия или натрия, кипятят до появления розовой окраски, затем выдерживают 30 мин при температуре, близкой к кипению, поддерживая объем раствора около 40 $см^3$.

После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, предварительно обмытую водой, не содержащей восстановителей, доливают такой же водой до метки и перемешивают.

Раствором сравнения служит вода.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 528 нм.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу оксида марганца (II) по градуировочному графику.

4.2.2 Для построения градуировочного графика в конические колбы вместимостью 150 $см^3$ каждая приливают из микробюретки 0; 2,0; 4,0; 6,0 $см^3$ стандартного раствора Б и 1,0; 3,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,0001; 0,0003; 0,0005 г оксида марганца (II). Во все колбы приливают по 10 $см^3$ раствора серной кислоты, воды до объема 35 $см^3$, 2 $см^3$ азотной кислоты, 3 $см^3$ раствора ортофосфорной кислоты, 10 $см^3$ раствора йоднокислого калия или натрия и далее поступают, как указано в 4.2.1.

По оптической плотности анализируемого раствора и известным массам оксида марганца (II) строят градуировочный график.

4.3 Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески боксита, г.

4.3.2 Результаты анализа рассчитывают до четвертого и округляют до третьего десятичного знака при массовой доле оксида марганца (II) от 0,010 % до 0,050 % включительно и рассчитывают до третьего и округляют до второго при массовой доле марганца (II) свыше 0,05 %.

4.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать значения, указанного в таблице.

Массовая доля оксида марганца (II) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,010 до 0,050 включ.	0,005	0,008
Св. 0,05 » 0,10 »	0,01	0,02
» 0,10 » 0,50 »	0,03	0,04

5 Атомно-абсорбционный метод

Метод основан на разложении пробы сплавлением с карбонатом и тетраборатом натрия, выщелачивании плава в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции марганца в пламени воздух — ацетилен при длине волны 279,5 нм.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и источником излучения для марганца.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 : 1.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.

Никеля хлорид по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2 %.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка. Стружку очищают в ацетоне, сушат в сушильном шкафу при температуре 100 °С 3—5 мин и охлаждают в эксикаторе.

Раствор алюминия: 1,0 г алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты и 1—2 капли раствора хлористого никеля. После окончания бурной реакции раствор нагревают до полного растворения алюминия, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Смесь для сплавления: смешивают натрий углекислый и натрий тетраборнокислый в соотношении 6 : 1 (по массе).

Раствор-фон: 30 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 600 см^3, смачивают водой и осторожно порциями добавляют 200 см^3 раствора соляной кислоты. После растворения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Доливают водой до метки и перемешивают.

Марганец хлористый по ГОСТ 612.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: 2,7937 г предварительно высушенного при температуре 110 °С хлористого марганца растворяют в стакане вместимостью 250 см^3 в 70 см^3 воды, добавляя 7 см^3 соляной кислоты. После растворения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г оксида марганца (II).

Раствор Б: пипеткой отбирают 25 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г оксида марганца (II).

5.2 Проведение анализа

5.2.1 Для анализа используют раствор пробы, приготовленный по 4.2 ГОСТ 14657.2.

Раствор контрольного опыта готовят по 4.2.1 ГОСТ 14657.2, добавляя в мерную колбу вместимостью 500 см^3 125 см^3 раствора алюминия.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени воздух—ацетилен при длине волны 279,5 нм.

Массу оксида марганца находят по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

5.2.2 Для построения градуировочного графика в девять мерных колб вместимостью 250 $см^3$ каждая приливают по 62,5 $см^3$ раствора алюминия, 50 $см^3$ раствора-фона и добавляют из бюретки 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б и 1,0; 1,5; 2,5 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,0000002; 0,0000004; 0,0000006; 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000010 $г/см^3$ оксида марганца (II). Колбы доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в растворах для построения градуировочного графика непосредственно до и после измерения атомной абсорбции марганца в растворе пробы. Из значений атомной абсорбции растворов для построения градуировочного графика вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор марганца, и по полученным значениям и соответствующим им концентрациям оксида марганца строят градуировочный график.

5.3 Обработка результатов

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

$$X = \frac{c \cdot V}{m},$$

где c — концентрация оксида марганца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, $г/см^3$;

V — объем раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески боксита, г.

5.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

5.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа — по 4.3.3.

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытание, оксид марганца (II)

gost.e-ecolog.ru