МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15:546.711.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения марганца

Zinc concentrates.
Method for the determination of manganese

ГОСТ 14048.10—80*

Взамен ГОСТ 14048.10—71

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.80 № 487 дата введения установлена 01.07.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический метод определения марганца от 0,1 до 2 %.

Метод основан на окислении марганца периодатом калия или надсернокислым аммонием до семивалентного состояния.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 366—65.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по стандартизованной и аттестованной методикам, не реже одного раза в квартал, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2—78.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм: кислоты, азотистокислый натрий, надсернокислый аммоний, йоднокислый калий. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1991 г. (ИУС 6—91)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, сероводорода, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать значений предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016—79.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 5 г/дм^3.
Калий йоднокислый (периодат калия).
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.
Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74.
Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 200 г/дм^3 свежеприготовленный.
Стандартный раствор марганца, содержащий 0,1 мг марганца в 1 см^3. Готовят по ГОСТ 4212—76.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентрата массой 0,5000—1,0000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают 5—6 каплями воды, приливают 15 см^3 соляной кислоты и нагревают на песчаной бане 13—15 мин, затем приливают 5 см^3 азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание до прекращения бурного выделения оксидов азота. Стекло обмывают над стаканом небольшим количеством воды, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 20 см^3 воды, нагревают раствор до кипения, фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора, содержащую 0,3—0,5 мг марганца, при последующем окислении его периодатом калия, или 0,1—0,3 мг — при окислении надсернокислым аммонием, приливают 3 см^3 серной кислоты, 5 см^3 фосфорной кислоты и 40—50 см^3 воды. Раствор нагревают до кипения, прибавляют 0,3 г периодата калия и продолжают нагревать раствор в течение 8—10 мин. Добавляют 0,2 г периодата калия и нагревают еще 4—5 мин. Охлаждают. Окисление марганца можно проводить, добавляя вместо периодата калия 10 см^3 раствора азотнокислого серебра и 10 см^3 раствора надсернокислого аммония. Затем раствор кипятят 1—2 мин и охлаждают (при окислении надсернокислым аммонием во всех реактивах должен отсутствовать хлор). Охлажденный раствор в обоих случаях переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Для измерения оптической плотности две одинаковые по длине кюветы наполняют приготовленным раствором. К раствору в одной из них прибавляют кристаллик азотистокислого натрия (для разрушения перманганата). Измеряют оптические плотности окрашенного раствора (D) и обесцвеченного азотистокислым натрием (D_1) на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре в области длин волн 520—540 нм в кюветах с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора. Раствором сравнения служит вода. Разница оптических плотностей ($D—D_1$) является светопоглощением исследуемого раствора.

Массовую долю марганца устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести конических колб вместимостью

по 100 см^3 отмеривают 1, 2, 3, 4 и 5 см^3 стандартного раствора марганца. Во все колбы прибавляют 3 см^3 серной кислоты и далее продолжают анализ, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям марганца строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где m_1 — масса марганца, найденная по градуировочному графику, г;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля марганца, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,10 до 0,30 включ.	0,06	0,08
Св. 0,30 » 0,50 »	0,07	0,09
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,10
» 1,00 » 2,00 »	0,12	0,16

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 22.04.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,35.
Тираж 121 экз. С2657. Зак. 1018.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru