

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ**Методы определения содержания двуокиси марганца**

Manganese ores and concentrates.

Methods for the determination of manganese dioxide

ГОСТ**22772.3—77****Взамен****ГОСТ 12310—66**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 ноября 1977 г. № 2625 срок действия установлен

с 01.01.1979 г.до 01.01.1984 г.**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды и концентраты и устанавливает объемные методы определения массовой доли двуокиси марганца при массовой доле ее в рудах или концентратах от 8,0% и выше.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22772.0—77.

2. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ МАРГАНЦА ВОССТАНОВЛЕНИЕМ ЩАВЕЛЕВОЙ КИСЛОТЫ

Метод основан на восстановлении в процессе растворения двуокиси марганца, содержащейся в марганцевой руде или концентрате, эквивалентным количеством щавелевокислого натрия и титровании его избытка раствором марганцовокислого калия.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы**2.1.1. Для проведения анализа применяют:**

весы аналитические с разновесами;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839—77;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:7;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, титрованный раствор концентрации 12 г/л, приготовленный следующим обра-

зом: 12 г марганцовокислого калия растворяют в 1 л воды. Раствор оставляют на 6 сут, затем сливают через сифон в банку из темного стекла.

Титр раствора марганцовокислого калия по щавелевокислороду устанавливают следующим образом: навеску щавелевокислого натрия массой 1,0000 г, высушенного при 105—110°C, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 100 мл разбавленной 1:7 серной кислоты, нагревают до 85—90°C и титруют раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски, сохраняющейся в течение 20 с.

Титр раствора марганцовокислого калия (T) в граммах на миллилитр раствора вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0,6487}{V},$$

где m — масса навески щавелевокислого натрия, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, мл;

0,6487 — коэффициент пересчета щавелевокислого натрия на двуокись марганца.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску марганцевой руды или концентрата массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, в которую предварительно помещают 1,0000 г щавелевокислого натрия, и добавляют 0,5 г фтористого натрия (для труднорастворимых руд и концентратов). Затем приливают 100 мл разбавленной 1:7 серной кислоты, нагретой до 60—70°C. Содержимое колбы перемешивают, накрывают часовым стеклом, нагревают до 85—90°C и выдерживают при этой температуре в течение 20—30 мин до исчезновения темноокрашенных частиц, поддерживая постоянный объем раствора добавлением теплой воды.

Полученный горячий раствор (85—90°C), содержащий избыток щавелевокислого натрия, быстро титруют раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски, сохраняющейся в течение 20 с.

2.2.2. Контрольный опыт проводят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 0,5 г фтористого натрия, 1,0000 г щавелевокислого натрия, приливают 100 мл разбавленной 1:7 серной кислоты, нагревают до 85—90°C и титруют раствором марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски, сохраняющейся в течение 20 с.

2.3. Обработка результатов

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

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

где T — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в граммах двуокиси марганца на миллилитр раствора;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка щавелевокислого натрия в анализируемом растворе, мл;

m — масса навески руды или концентрата, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли двуокиси марганца на массовую долю ее в сухом материале (см. ГОСТ 22772.0—77).

3. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ МАРГАНЦА ВОССТАНОВЛЕНИЕМ СЕРНОКИСЛОЙ СОЛЮ ДВУХВАЛЕНТНОГО ЖЕЛЕЗА

(для руд и концентратов, не содержащих двухвалентное железо)

Метод основан на восстановлении в процессе растворения двуокиси марганца, содержащейся в марганцевой руде или концентрате, эквивалентным количеством двойной сернокислой соли закиси железа-аммония и титровании избытка закиси железа-аммония раствором двуххромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламинсульфоната натрия.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

весы аналитические с разновесами;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:7;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—58, разбавленную 1:1;

калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, титрованный 0,2 н. раствор, приготовленный следующим образом: 9,8072 г двуххромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180—200°C, растворяют в 100 мл воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора соответствует 0,008693 г двуокиси марганца;

соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор концентрации 60 г/л, приготовленный следующим образом: 60 г соли Мора растворяют в 1 л разбавленной 1:7 серной кислоты;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

натрий дифениламиносульфонат (индикатор), раствор 0,8 г/л;

натрий углекислый по ГОСТ 83—63.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску марганцевой руды или концентрата массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 0,5 г фтористого натрия (для труднорастворимых руд и концентратов) и 1 г углекислого натрия. Из бюретки приливают 50 мл соли Мора, 20 мл разбавленной 1:7 серной кислоты. Затем небольшими порциями добавляют еще 1 г углекислого натрия, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают содержимое колбы до полного растворения навески.

3.2.2. Содержимое колбы охлаждают, приливают 20 мл разбавленной 1:1 ортофосфорной кислоты, 2 мл индикатора, доливают водой до объема 150 мл и оттитровывают избыток закиси железа-аммония раствором двуххромовокислого калия до появления устойчивой сине-фиолетовой окраски.

3.2.3. Контрольный опыт проводят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 0,5 г фтористого натрия, 1 г углекислого натрия, из бюретки при перемешивании приливают 50 мл соли Мора и 20 мл разбавленной 1:7 серной кислоты. Затем небольшими порциями прибавляют 1 г углекислого натрия, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают раствор до кипения. Раствор охлаждают, приливают 20 мл разбавленной 1:1 ортофосфорной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 3.2.2.

3.3. Обработка результатов

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

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

где T — титр раствора двуххромовокислого калия, выраженный в граммах двуокиси марганца на миллилитр раствора;

V — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл;

V_1 — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование избытка двойной сернокислой соли закиси железа-аммония в анализируемом растворе, мл;

m — масса навески руды или концентрата, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли двуокиси марганца на массовую долю ее в сухом материале (см. ГОСТ 22772.0—77).

3.3.2. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в таблице.

Массовая доля двуокиси марганца, %	Допускаемое расхождение, %
От 8,0 до 20,0	0,20
Св. 20,0 » 40,0	0,30
» 40,0 » 60,0	0,40
» 60,0 » 90,0	0,50

Изменение № 1 ГОСТ 22772.3—77 Руды марганцевые и концентраты. Методы определения содержания двуокиси марганца

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.08.81 № 3694 срок введения установлен

с 01.01.82

На обложке и первой странице обозначение стандарта дополнить обозначением: (СТ СЭВ 1206—78).

Вводную часть изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает объемные методы определения массовой доли двуокиси марганца при массовой доле ее в рудах, концентратах или агломератах от 8% и выше.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1206—78».

Пункт 2.1.1 дополнить новым абзацем:

(Продолжение см. стр. 44)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22772.3—77)

«Титр раствора марганцовокислого калия по стандартному образцу марганцовой руды, близкой по содержанию двуокиси марганца к анализируемой пробе, устанавливают по п. 2.2.1 и вычисляют по формуле

$$T = \frac{A \cdot m}{V \cdot 100},$$

где

T — титр раствора марганцовокислого калия, г/см³;

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

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески стандартного образца, г».

Пункт 3.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80, ГОСТ 83—63 на ГОСТ 83—79.

(ИУС № 10 1981 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 22772.3—77 Руды марганцевые и концентраты. Методы определения содержания двуокиси марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.88 № 1491

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0730.

Наименование стандарта. Заменить слова: «и концентраты» на «концентраты и агломераты»; «and concentrates» на «concentrates and agglomerates».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает титриметрические методы определения двуокиси марганца при массовой доле от 5 до 95 %».

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, л на дм³.

Разделы 2, 3. Наименование. Заменить слово: «объемный» на «титриметрический».

Пункт 2.1.1. Шестой абзац дополнить словами: «Массовую концентрацию титрованного раствора устанавливают по щавелевокислороду натрия или по стандартному образцу»;

седьмой, восьмой абзацы. Заменить слово и обозначение: «титр» на «массовую концентрацию», T на C ;

последний абзац изложить в новой редакции: «Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия по стандартному образцу устанавливают сле-

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22772.3—77)

дующим образом: навеску стандартного образца марганцевой руды, концентрата или агломерата с близким содержанием двуокиси марганца, относящегося к тому же типу руды, что и анализируемая проба, проводят через все стадии анализа в соответствии с пп. 2.2.1 и 2.2.2.

Массовую концентрацию (C) раствора марганцовокислого калия в граммах двуокиси марганца на кубический сантиметр, установленную по стандартному образцу, вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка щавелевокислого натрия в растворе стандартного образца, см³.

Пункты 2.2.1, 2.3.1, 3.2.1, 3.3.1. Заменить слова: «марганцевой руды или концентрата» на «пробы».

Пункты 2.3.1, 3.3.1. Заменить обозначения и слово: X на X_{MnO_2} , T на C , «титр» на «массовая концентрация».

(Продолжение см. с. 59)

Раздел 2 дополнить пунктом — 3.3.2: «2.3.2. Допускаемые расхождения между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в таблице (п. 3.3.2)».

Раздел 3. Исключить слова: «(для руд и концентратов, не содержащих двухвалентное железо)».

Пункт 3.1.1. Пятый абзац изложить в новой редакции: «калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, титрованный раствор, приготовленный следующим образом: 9,8072 г двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180—200 °С, растворяют в 100 см³ воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,008693 г двуокиси марганца»;

дополнить абзацами (после пятого):

«Массовую концентрацию раствора двухромовокислого калия по стандартному образцу устанавливают следующим образом: навеску стандартного образца марганцевой руды, концентрата или агломерата с близким содержанием двуокиси марганца, относящегося к тому же типу руды, что и анализируемая проба, проводят через все стадии анализа в соответствии с пп. 3.2.1—3.2.3.

Массовую концентрацию (C) раствора двухромовокислого калия в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

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

(Продолжение см. с. 60)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22772.3—77)

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

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, см³.

Пункт 3.3.2. Исключить слово: «параллельных»; таблицу изложить в новой редакции:

Массовая доля двуокиси марганца, %	Допускаемое расхождение, %
От 5 до 10	0,10
Св. 10 » 20	0,20
» 20 » 40	0,3
» 40 » 60	0,4
» 60 » 95	0,5

(ИУС № 8 1988 г.)