

<b>СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ</b>	<b>СТАНДАРТ СЭВ</b>	<b>СТ СЭВ 462—77</b>
	<b>РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОН- ЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ</b>	<b>Взамен РС 803—67</b>
	<b>Потенциометрический метод определения общего содержа- ния марганца</b>	<b>Группа А39</b>

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает потенциометрический метод определения в них общего содержания марганца от 15 % и выше.

При проведении анализа необходимо выполнять общие требования по СТ СЭВ . . . \* .

Метод применяется в качестве арбитражного.

### 1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

После кислотного разложения пробы и сплавления нерастворимого остатка устанавливают рН раствора 7 и титруют марганец в пирофосфатной среде марганцовокислым калием потенциометрическим методом.

### 2. АППАРАТУРА

2.1. Установка для потенциометрического титрования с парой электродов: платинонасыщенный каломельный или платиновольфрамный.

2.2. рН-метр.

### 3. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

3.1. Кислота соляная  $d$  1,19 и раствор 1+4.

3.2. Кислота азотная  $d$  1,40.

3.3. Кислота серная  $d$  1,84 и раствор 1+1.

3.4. Кислота фтористоводородная  $d$  1,13.

3.5. Натрий углекислый, безводный.

3.6. Натрий углекислый, 5 %-ный раствор.

\* См. информационное приложение.

3.7. Натрий пирофосфорнокислый ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), 12 %-ный свежеприготовленный раствор.

3.8. Натрий фтористый.

3.9. Ацетон.

3.10. Бромтимоловый синий, 0,04 %-ный раствор.

3.11. Калий марганцовокислый, перекристаллизованный.

3.12. Марганец металлический

10 г металлического марганца помещают в стакан емкостью 400 см<sup>3</sup>, обрабатывают поверхностный слой в течение нескольких минут в смеси 50 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты до получения блестящей поверхности. Обработанный марганец промывают шесть раз водой, затем ацетоном и высушивают при 100°C в течение 10 мин.

3.13. Марганец, раствор

1,000 г металлического марганца помещают в стакан емкостью 400 см<sup>3</sup>, растворяют в 20 см<sup>3</sup> серной кислоты 1+1 и около 100 см<sup>3</sup> воды. Полученный раствор кипятят несколько минут, охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г марганца.

3.14. Калий марганцовокислый, раствор приблизительно 0,1 н.

3,2 г марганцовокислого калия растворяют в 1000 см<sup>3</sup> воды.

Раствор оставляют на 6 суток в склянке из темного стекла. Перед установлением титра фильтруют через стеклянный фильтр. Титр раствора марганцовокислого калия устанавливают по металлическому марганцу.

100 см<sup>3</sup> раствора марганца приливают в стакан емкостью около 600 см<sup>3</sup>, затем добавляют при перемешивании 250 см<sup>3</sup> раствора пирофосфорнокислого натрия. Добавлением соляной кислоты 1+4 или раствора углекислого натрия устанавливают рН раствора 7 (контроль по рН-метру или индикатору бромтимоловому синему) и титруют раствором марганцовокислого калия приблизительно 0,1 н. с помощью потенциометра с парой электродов до максимального скачка потенциала. Титр раствора марганцовокислого калия по марганцу в г/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле

$$T = \frac{G}{V_1 - V_2},$$

где  $G$  — масса навески марганца, соответствующая аликвотной части раствора, г;

$V_1$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора металлического марганца, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта,  $\text{см}^3$ .

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

1,0000 г пробы помещают в стакан емкостью около  $300 \text{ см}^3$ , прибавляют 0,5 г фтористого натрия,  $30 \text{ см}^3$  соляной кислоты  $d$  1,19 и растворяют при слабом нагревании до перехода темно-бурой окраски раствора в светло-желтую. После растворения навески прибавляют 5—10 капель азотной кислоты  $d$  1,40, кипятят до удаления окислов азота и затем выпаривают до образования влажных солей. Прибавляют  $20 \text{ см}^3$  соляной кислоты  $d$  1,19,  $30—40 \text{ см}^3$  воды и раствор нагревают при перемешивании до растворения солей. Если при разложении не остается нерастворимого остатка, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью  $500 \text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают. Если после разложения остается нерастворимый остаток, его отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают 10—12 раз теплой водой (фильтрат А). Фильтрат А сохраняют.

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и сплавляют с 2 г углекислого натрия при температуре около  $1000^\circ\text{C}$ . Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан емкостью  $250 \text{ см}^3$ , приливают  $10 \text{ см}^3$  соляной кислоты  $d$  1,19,  $30—40 \text{ см}^3$  воды и нагревают до растворения плава. Тигель удаляют из стакана и обмывают водой. Раствор охлаждают и присоединяют к фильтрату А. Полученный раствор переливают в мерную колбу емкостью  $500 \text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора  $100 \text{ см}^3$  и вливают при непрерывном перемешивании в стакан емкостью около  $600 \text{ см}^3$ , содержащий  $250 \text{ см}^3$  раствора пиррофосфорнокислого натрия.

Полученный раствор должен быть прозрачным. Если образуется осадок, то необходимо брать меньшую аликвотную часть раствора или большее количество пиррофосфорнокислого натрия. Добавлением соляной кислоты 1+4 или раствора углекислого натрия устанавливают рН раствора 7 (контроль по рН-метру или индикатору бромтимоловому синему), затем титруют соответствующим раствором марганцовокислого калия с помощью потенциометра с парой электродов до максимального скачка потенциала.

### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Общее содержание марганца (Mn) в процентах вычисляют по формуле

$$Mn = \frac{T(V_1 - V_2) \cdot 100}{G} \cdot K,$$

где  $T$  — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в г марганца на см<sup>3</sup> раствора;

$V_1$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$G$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г;

$K$  — коэффициент пересчета содержания марганца на содержание его в сухом материале.

5.2. Расхождения результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание марганца, %	Допускаемые расхождения, % (абс)
От 15 до 40	0,25
Свыше 40 » 50	0,30
» 50	0,40

К о н е ц

## ИНФОРМАЦИОННОЕ ПРИЛОЖЕНИЕ

До утверждения соответствующего стандарта СЭВ данные требования выполняются согласно РС 295—65.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация СССР в Постоянной Комиссии по стандартизации.
2. Тема 01.124.02—75.
3. Стандарт СЭВ утвержден на 41-м заседании ПКС.
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны—члены СЭВ	Срок начала применения стандарта СЭВ в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	Срок начала применения стандарта СЭВ в народном хозяйстве
НРБ	Январь 1979 г.	Январь 1979 г.
ВНР	Январь 1980 г.	Январь 1980 г.
ГДР	Январь 1980 г.	Январь 1980 г.
Республика Куба		
МНР		
ПНР	Январь 1980 г.	Январь 1980 г.
СРР	Январь 1981 г.	—
СССР	Январь 1978 г.	Январь 1979 г.
ЧССР	Январь 1979 г.	Январь 1979 г.

5. Срок первой проверки — 1985 г., периодичность проверки — 7 лет.