

Изменение № 1 ГОСТ 23581.2—79 Руды железные, концентраты и агломераты. Методы определения содержания закиси марганца

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.85 № 2135 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Руды железные концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения содержания закиси марганца»

Iron ores, concentrates and agglomerates. Method of determination of manganese protoxide contents.

Вводная часть. Заменить слова: «агломераты» на «агломераты и окатыши».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 1224—78 на ГОСТ 23581.0—80.

Пункт 2.1.1 дополнить абзацем (после третьего): «тигли платиновые по ГОСТ 6563—75»;

десятый абзац. Исключить слова: «(плавиковую кислоту)»; заменить ссылку: ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78;

двадцатый абзац. Заменить значение: 99,95 % на «не менее 99,9 %».

Пункт 2.2.1.1. Первый абзац после слов «приливают 5 см³ азотной кислоты» изложить в новой редакции: «20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, или 20 см³ хлорной кислоты и 0,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4. Накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до появления густых паров серной или хлорной кислоты, после чего продолжают нагревание еще в течение 10—15 мин»;

третий абзац. Заменить значение: 700 °С на 600—700 °С;

четвертый абзац после слова «досуха» дополнить словами: «затем прокаливают остаток при 500—600 °С».

Пункт 2.2.3. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Массовая доля закиси марганца, %	Аликвота, см ³	Масса закиси марганца в аликвоте раствора, мг
От 0,02 до 0,15	25	0,05—0,375
Св. 0,15 » 1	20	0,3—2
» 1 » 2	10	1—2
» 2 » 4	5	1—2
» 4 » 10	5	0,8—2

Пункт 2.2.3. Второй абзац после слов «нагревают до» изложить в новой редакции: «кипения и после появления окраски перманганат-иона выдерживают при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 30 мин».

(Продолжение см. с. 48)

данные 2.2.4. первой и второй абзацы изложить в новой редакции: «Для построения градуировочного графика при массовой доле закиси марганца более 0,15 % в стаканы вместимостью 200 см³ приливают 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 25,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5 мг закиси марганца, затем приливают 30 см³ смеси кислот и разбавляют водой до объема 60 см³. Прибавляют 10 см³ йоднокислого натрия или калия и далее продолжают, как указано в п. 2.2.3.

Для построения градуировочного графика при массовой доле до 0,15 % в стаканы вместимостью 200 см³ приливают 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,050; 0,125; 0,25; 0,375; 0,50 мг закиси марганца, приливают по 30 см³ смеси кислот и доливают водой до объема 60 см³. Приливают по 10 см³ раствора йоднокислого натрия или калия и далее продолжают как указано в п. 2.2.3».

Пункт 3.1.1. Второй абзац исключить;

пятый абзац. Заменить значение: 200 г/дм³ на 120 г/дм³;

пятнадцатый абзац. Заменить значение: 99,95 % на «не менее 99,9 %»;

восемнадцатый, девятнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, степень чистоты не менее 99,5 %, и перекристаллизованный следующим образом: 250 г марганцовокислого калия помещают в стакан вместимостью 1 дм³ и приливают 800 см³ воды, нагревают до 90 °С. Раствор фильтруют под разрежением через стеклянный фильтр № 3. Отфильтрованный раствор быстро охлаждают в ледяной воде до 1 °С при энергичном перемешивании и дают осесть мелкокристаллическому осадку.

Затем раствор сливают, переносят кристаллическую массу в стеклянный тигель № 3 и фильтруют под разрежением. Полученную кристаллическую массу, переносят на стекло или в фарфоровую чашку и сушат на воздухе в защищенном от света месте, предохраняя от пыли. Когда кристаллическая масса при раздавливании стеклянной палочкой перестает слипаться, ее высушивают при 80—100 °С в течение 2—3 ч в сушильном шкафу. Затем переносят в банку из темного стекла с притертой пробкой. Очищенный таким образом марганцовокислый калий негигроскопичен.

Титрованные растворы марганцовокислого калия: 1,8 г/дм³ (раствор А) и 0,8 г/дм³ (раствор Б).

1,8 или 0,8 г марганцовокислого калия растворяют в 1 дм³ воды. Раствору дают отстояться в течение 6 сут, затем сифонируют в склянку из темного стекла.

Титр раствора марганцовокислого калия устанавливают по стандартному раствору марганца следующим образом: аликвоту стандартного раствора марганца (1 мг закиси марганца в 1 см³) 50 см³ (для установки титра раствора А) или 25 см³ (для установки титра раствора Б) помещают в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 150 см³ раствора пиррофосфорнокислого натрия, при непрерывном перемешивании. Добавлением соляной кислоты, разбавленной 1:4, или раствора углекислого натрия, устанавливают рН раствора, равным 7 (контроль рН проводят на рН-метре, по универсальной индикаторной бумаге или по индикатору бромтимоловому синему), и титруют соответствующим раствором марганцовокислого калия на потенциометрической установке с парой электродов:

(Продолжение см. с. 49)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23581.2—79)

платина-насыщенный каломельный, платина-вольфрамовый или платина-платиновый до максимального скачка потенциала.

Титр (T) раствора марганцовокислого калия, в г закиси марганца на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V - V_1},$$

где m — масса закиси марганца, соответствующая аликовоте стандартного раствора марганца, г;

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

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Титр раствора марганцовокислого калия устанавливают по марганцовокислому калию следующим образом: навеску перекристаллизованного марганцовокислого калия 0,1 г растворяют в 20 см³ воды, приливают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Обработку сухого остатка соляной кислоты повторяют дважды. К сухому остатку приливают 1 см³ соляной кислоты, 30—40 см³ воды, нагревают до растворения солей и охлаждают. Полученный раствор переливают в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 150 см³ раствора пиррофосфор-

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23581.2—79)

нокислого натрия, при непрерывном перемешивании и продолжают определение, как указано при установке титра по стандартному раствору марганца.

Титр (T) раствора марганцовокислого калия, в г закиси марганца на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m_1 \cdot 0,4488}{V - V_1},$$

где m_1 — масса навески марганцовокислого калия, взятая для определения титра, г;

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

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

0,4488 — коэффициент пересчета марганцовокислого калия на закись марганца».

Пункт 3.2.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Подготовленный таким образом раствор титруют раствором марганцовокислого калия А (при содержании закиси марганца более 5 %) или Б (при содержании закиси марганца до 5 %) на потенциометрической установке с парой электродов: платина-насыщенный каломельный, платина-вольфрамовый или платина-платиновый до скачка потенциала».

Пункты 2.3.2; 3.2.2. Исключить слово: «параллельных».

(ИУС № 13 1985 г.)