

# КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Издание официальное

**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 надсернистым 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, надсернистый 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<sup>3</sup>.

Калий йоднокислый (периодат калия).

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74.

Аммоний надсернистокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 200 г/дм<sup>3</sup> свежеприготовленный.

Стандартный раствор марганца, содержащий 0,1 мг марганца в 1 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>, смачивают 5—6 каплями воды, приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают на песчаной бане 13—15 мин, затем приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание до прекращения бурного выделения оксидов азота. Стекло обмывают над стаканом небольшим количеством воды, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 20 см<sup>3</sup> воды, нагревают раствор до кипения, фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 надсернистокислым аммонием, приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты и 40—50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и 10 см<sup>3</sup> раствора надсернистокислого аммония. Затем раствор кипятят 1—2 мин и охлаждают (при окислении надсернистокислым аммонием во всех реактивах должен отсутствовать хлор). Охлажденный раствор в обоих случаях переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> отмеривают 1, 2, 3, 4 и 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора марганца. Во все колбы прибавляют 3 см<sup>3</sup> 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

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

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

$V$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески концентрата, г;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

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.И. Копысов*  
 Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
 Корректор *Т.И. Кононенко*  
 Компьютерная верстка *Е.Н. Мартыановой*

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. Заяк. 1018.

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