УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения марганца

Titanium alloys.
Methods for the determination of manganese

ГОСТ 19863.7—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,02 до 2,5%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 2,5%) методы определения марганца.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, окислении марганца до семивалентного йоднокислым калием и измерении оптической плотности раствора при длине волны 525 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Вода, очищенная от веществ-восстановителей: к 1000 см³ воды приливают 10 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, перемешивают, нагревают до кипения, добавляют 0,2—0,3 г йоднокислого калия, кипятят в течение 10 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³ и растворы 1 : 1, 1 : 3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 1 : 4.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Смесь кислот: в коническую колбу вместимостью 1 дм³ помещают 520 см³ воды, осторожно, порциями по 10 см³ при перемешивании стеклянной палочкой приливают 100 см³ серной кислоты и 250 см³ азотной кислоты, раствор охлаждают до комнатной температуры и перемешивают.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Калий йоднокислый, раствор 50 г/дм³: 25 г калия йоднокислого помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 400 см³ раствора азотной кислоты, нагревают до растворения йоднокислого калия, охлаждают до комнатной температуры, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают раствором азотной кислоты до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 40 г/дм³, готовят перед употреблением.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195.

Марганец металлический по ГОСТ 6008 марки Мр00.

Если поверхность металлического марганца покрыта окисной пленкой, то ее очищают. Для этого 2—3 г марганца помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ воды, 60 см³ смеси кислот и несколько раз перемешивают. Через 3—5 мин, когда поверхность металла станет блестящей, раствор сливают, стружку промывают водой, дважды промывают ацетоном, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°С в течение 2—3 мин и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

Стандартный раствор марганца

1 г марганца помещают в высокий стакан вместимостью 400 см³, приливают 45—50 см³ воды и 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор осторожно кипятят в течение 2—3 мин, охлаждают до комнатной температуры. Стекло ополаскивают водой над стаканом, в котором растворяли марганец. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г марганца.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Допускается приготовление раствора другим способом:

2,8776 г марганцовокислого калия помещают в высокий стакан вместимостью 400 см³, приливают 200 см³ воды, 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 1 и растворяют при нагревании. К раствору добавляют несколько кристаллов сернистокислого натрия до обесцвечивания раствора, избыток восстановителя удаляют осторожным кипячением в течение 5—6 мин.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г марганца.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 80 см³ раствора серной кислоты 1 : 3 и растворяют при нагревании.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Масса навески пробы, г
От 0,02 до 0,2 включ.	1
Св. 0,2 » 0,8 »	0,2
» 0,8 » 2,5 »	0,1

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски и кипятят 3 мин. Стенки колбы обмывают 25—30 см³ воды, приливают 25 см³ раствора йоднокислого калия и кипятят в течение 10 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, предварительно ополоснув колбу водой, не содержащей восстановителей, этой же водой доливают до метки и перемешивают.

2.3.2. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 525 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 20 мм.

2.3.3. Раствором сравнения служит компенсирующий раствор, для приготовления которого к 25—30 см³ раствора, подготовленного для измерения оптической плотности, добавляют 2—3 капли раствора азотистокислого натрия до обесцвечивания раствора. Для каждой серии проб используют соответствующий ей компенсирующий раствор.

Массовую долю марганца вычисляют по градуировочному графику.

2.3.4. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи конических колб вместимостью по 250 см³ отмеряют из микробюретки 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора марганца, что соответствует 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г марганца, приливают по 80 см³ раствора серной кислоты 1 : 3 и далее продолжают по пп. 2.3.1 и 2.3.2.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен марганец.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам марганца строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m — масса марганца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,020 до 0,100 включ.	0,006	0,010
Св. 0,10 » 0,25 »	0,01	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,05
» 1,00 » 2,50 »	0,06	0,08

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции марганца при длине волны 279,5 нм в пламени ацетилен - - воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для марганца.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 1 : 1.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Раствор титана 10 г/дм³: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 80 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Марганец металлический по ГОСТ 6008 марки Мр00.

Стандартные растворы марганца

Раствор А: 0,5 г металлического марганца помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 30 см³ раствора азотной кислоты при умеренном нагревании. После растворения навески раствор дважды выпаривают с водой до объема 10 см³ для удаления окислов азота. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г марганца.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г марганца.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 10 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,00001 г марганца.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 3

Массовая доля марганца, %	Масса навески пробы, г
От 0,01 до 0,10 включ.	0,5
Св. 0,10 » 0,75 »	0,25
» 0,75 » 2,5 »	0,1

После растворения пробы добавляют 5—10 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят — по п. 3.3.1.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

3.3.3.1. При массовой доле марганца от 0,01 до 0,1% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 20 см³ раствора титана, в шесть из них отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,0001 г марганца.

3.3.3.2. При массовой доле марганца от 0,1 до 0,75% в пять мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 10 см³ раствора титана, в четыре из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,00025; 0,0005; 0,00075 г марганца.

3.3.3.3. При массовой доле марганца свыше 0,75 до 2,5% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 4 см³ раствора титана, в шесть из них отмеряют 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0, 12,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0003; 0,0005; 0,0007; 0,0009; 0,0011; 0,0012 г марганца.

3.3.4. К растворам в колбах (см. пп. 3.3.3.1, 3.3.3.2, 3.3.3.3) добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — воздух (окислительное) и измеряют атомную абсорбцию марганца при длине волны 279,5 нм.

3.3.6. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям марганца строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация марганца, г/см³».

Массовую концентрацию марганца в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю марганца (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где C_1 — массовая концентрация марганца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация марганца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля марганца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,002	0,003
Св. 0,025 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,007	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,01	0,02
» 0,20 » 0,40 »	0,02	0,03
» 0,40 » 0,80 »	0,04	0,05
» 0,80 » 1,50 »	0,06	0,08
» 1,50 » 2,50 »	0,08	0,10

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова**; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **Л. В. Антоненко**; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 05.05.91 № 625

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 19863.7—80

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 195—77	2.2
ГОСТ 2603—79	2.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 4197—74	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3457—75	3.2
ГОСТ 6038—82	2.2; 3.2
ГОСТ 9656—75	3.2
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1

gost.e-ecolog.ru