ГОСТ 11930.5—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.711.06:006.354 Группа В09

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Методы определения марганца

Hard-facing materials.
Methods of manganese determination

ГОСТ 11930.5—79

Взамен ГОСТ 11930—66 в части разд. 3

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,4 до 6 %) и объемный метод определения марганца (при массовой доле марганца от 6 до 8,5 %) в наплавочных материалах.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении марганца в сернофосфорнокислой среде периодитом калия до марганцевой кислоты, интенсивность окраски которой измеряют на фотоэлектроколориметре.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:4.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Калий йоднокислый, раствор: 50 г калия йоднокислого помещают в колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 100 см^3 воды, 200 см^3 серной кислоты, перемешивают, добавляют 100 см^3 ортофосфорной кислоты.

Кислота селенистая по ТУ 6-09-5407—88 раствор с массовой долей 2 %.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—90.

Очистка марганца: 10 г марганца обрабатывают в смеси, состоящей из 50 см^3 воды и 5 см^3 азотной кислоты. После 6-кратной промывки водой металл сушат при комнатной температуре.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 0,1 г металлического марганца растворяют в 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления окислов азота и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Раствор разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г марганца.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Марганец определяют в фильтрате после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79.

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ отбирают от 5 до 50 см³ анализируемого раствора (в зависимости от содержания марганца) в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора йоднокислого калия. Содержимое колбы разбавляют до 50 см³ дистиллированной водой и нагревают до кипения. Горячий раствор оставляют на 30 мин на теплой плитке до полного развития окраски. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют дистиллированной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda = 490$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Для приготовления раствора сравнения используют соответствующую часть исследуемого раствора, в котором марганцовую кислоту восстанавливают прибавлением (при перемешивании) нескольких капель раствора селенистой кислоты.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1, 2, 3, 4, 5 см³ стандартного раствора марганца, 10 см³ раствора йоднокислого калия и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 200 \cdot 100}{m_1 V},$$

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

m_1 — масса навески, г;

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³.

2.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,40 до 1,50 включ.	0,05	0,10
Св. 1,50 » 4,00 »	0,10	0,15
» 4,00 » 6,00 »	0,15	0,20

2.1, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА

3.1. Сущность метода

Метод предназначен для анализа смеси порошков для наплавки.

Метод основан на окислении марганца до семивалентного с последующим титрованием его раствором соли Мора. Хром предварительно отделяют окисью цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Реактивы и растворы указаны в п. 2.2 с дополнением:

Конго красный.

Цинка окись по ГОСТ 10262—73, взмученную в воде окись цинка готовят следующим образом: 20—25 г мелкоизмельченной окиси цинка растирают в фарфоровой ступке с 50 см³ горячей (50—60 °С) воды до пастообразного состояния и переносят в стакан вместимостью 200 см³, добавляя еще 25 см³ воды. Перед применением смесь хорошо размешивают стеклянной палочкой для придания ей однородной консистенции.

3.3. Проведение анализа

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ по ГОСТ 11930.3—79 отбирают в стакан от 50 до 100 см³ анализируемого раствора и выпаривают до 25 см³. Раствор нейтрализуют по бумажке конго раствором гидроокиси натра до начала выпадения осадка, который затем растворяют прибавлением нескольких капель серной кислоты, разбавленной 1:4. Раствор нагревают до температуры 65—70 °С, переносят в

мерную колбу вместимостью 100 см³ и приливают небольшими количествами хорошо взмученную в воде окись цинка, тщательно взбалтывая каждый раз содержимое колбы, пока на дне колбы окажется небольшой избыток окиси цинка. Содержимое колбы нагревают до 70—80 °С и выдерживают в течение 5 мин. Затем раствор охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют, отбирают 50 см³ в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:4, и вводят в избыток 25 см³. Прибавляют 5 см³ фосфорной кислоты, 2 см³ раствора с массовой долей 0,5 % азотнокислого серебра, 2—3 г надсернокислого аммония и разбавляют водой до 150 см³. Раствор кипятят 10 мин до полного окисления марганца. Охлажденный раствор титруют 0,1 М раствором соли Мора в присутствии 0,5 см³ раствора с массовой долей 0,2 % фенилантраниловой кислоты.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{VT \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100}{V_1 m_1 \cdot 50},$$

где V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование марганца, см³;

T — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ марганца;

V_1 — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 6,0 до 7,0 включ.	0,2	0,3
Св. 7,0 » 8,5 »	0,3	0,4

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**