МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'781—198:546.711.06:006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

Методы определения марганца

Ferroboron.
Methods for the determination
of manganese

ГОСТ
14021.6—78

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический персульфатно-серебряный и периодатный методы определения марганца (при массовой доле марганца от 0,1 до 1,0 %) в ферроборе, предназначенном для легирования сталей и сплавов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ПЕРСУЛЬФАТНО-СЕРЕБРЯНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца в сернокислом растворе до семивалентного надсернокислым аммонием в присутствии катализатора — азотнокислого серебра.

Полученную марганцовую кислоту оттитровывают раствором мышьяковисто-азотистокислого натрия.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:2 и 5:1000.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, раствор с массовой долей 36 или 57 %.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478, раствор с массовой долей 20 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Калий йоднокислый, раствор с массовой долей 5 %; готовят следующим образом: 50 г йодноватокислого калия прибавляют к 1000 см³ горячей серной кислоты, разбавленной 5:1000, и нагревают до растворения навески.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 0,25 % и раствор с массовой долей 15 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4197, раствор с массовой долей 3 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Натрий мышьяковистокислый, содержащий азотистокислый натрий, титрованный раствор; готовят следующим образом: 1,5 г мышьяковистого ангидрида помещают в стакан вместимостью 400—500 см³, растворяют в 25 см³ горячего раствора гидроокиси натрия, разбавляют до 120 см³ водой, охлаждают, нейтрализуют разбавленной 1:2 серной кислотой и добавляют избыток ее 1—2 см³. Избыток серной кислоты нейтрализуют двууглекислым натрием по универсальному индикатору.

К полученному раствору прибавляют 0,85 г азотистокислого натрия и перемешивают до растворения солей. Содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки, перемешивают и устанавливают массовую концентрацию раствора по стандартному раствору марганца или по стандартному образцу стали, близкому по массовой доле марганца к анализируемому ферробору.

Марганец металлический особой чистоты, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,1 г металлического марганца растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, осторожно прибавляют 10 см³ серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Затем раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты. После чего раствор переносят в колбу вместимостью 1000 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ полученного раствора содержит 0,0001 г марганца.

Определение массовой концентрации раствора натрия мышьяковистокислого по стандартному раствору марганца.

50 мл стандартного раствора марганца помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 1 см³ фосфорной кислоты, разбавляют водой до 100 см³ и нагревают до кипения. Затем приливают 10 см³ раствора азотнокислого серебра, 10 см³ раствора надсернокислого аммония и снова нагревают до кипения, после чего снимают с плиты, выдерживают до прекращения выделения пузырьков кислорода, охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и немедленно титруют раствором мышьяковистокислого натрия. Массовую концентрацию раствора мышьяковистокислого натрия (C), выраженную в г/см³ марганца, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1 \, 50}{v},$$

где C_1 — массовая концентрация стандартного раствора марганца, 0,0001 г/см³;

v — количество мышьяковистокислого натрия, израсходованное на титрование 50 см³ стандартного раствора марганца, см³.

При установке массовой концентрации раствора мышьяковистокислого натрия по стандартному образцу ферробора или стали, близкому по массовой доле марганца к анализируемой пробе, проведенному через все стадии анализа, как указано в п. 2.3, массовую концентрацию раствора (C_2) в г/см³ вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{m m_1}{V 100},$$

где m — массовая доля марганца в стандартном образце, %;

m_1 — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора мышьяковистокислого натрия, израсходованный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

Навеску ферробора массой 0,5 г (при массовой доле марганца от 0,1 до 0,5 %) или 0,2 г (при массовой доле марганца св. 0,5 до 1,0 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и осторожно приливают до 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После прекращения бурного выделения окислов азота содержимое колбы умеренно нагревают до растворения навески.

Раствор охлаждают, осторожно приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления паров серной кислоты. Выпавшие соли растворяют при нагревании в 80—100 см³ воды и приливают 1—2 см³ ортофосфорной кислоты.

Затем раствор нагревают до кипения, приливают 10 см³ раствора азотнокислого серебра, 20 см³ раствора надсернокислого аммония, нагревают до кипения, снимают с плиты и выдерживают до прекращения выделения пузырьков кислорода. После чего колбу с раствором охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и немедленно титруют раствором мышьяковистокислого натрия.

Раствор мышьяковистокислого натрия приливают со скоростью 5—6 см³/мин до перехода окраски титруемого раствора в слаборозовую; последующие порции раствора мышьяковистокислого натрия прибавляют по каплям до полного исчезновения розовой окраски.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{CV100}{m},$$

где C — массовая концентрация раствора мышьяковистокислого натрия, выраженная в г/см³ марганца;

V — объем раствора мышьяковистокислого натрия, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ ПЕРИОДАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца в сернофосфорной среде до семивалентного периодатом калия с последующим измерением оптической плотности на фотоэлектроколориметре при длине волны 500—550 нм или спектрофотометре при длине волны 525 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Реактивы и растворы по п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферробора массой 0,5 г помещают в платиновую чашку № 6, смачивают водой, добавляют 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают в течение 3—5 мин, затем добавляют 10—15 см³ фтористоводородной кислоты, после растворения основной массы навески, прибавляют 10 см³ хлорной кислоты и выпаривают до густых паров хлорной кислоты. При наличии в ферроборе карбидных соединений в дымящий раствор приливают по каплям раствор перекиси водорода и выпаривают до удаления хлорной кислоты. Стенки чашки обмывают водой и снова упаривают досуха. В охлажденную чашку приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до паров серной кислоты. Выпавшие соли растворяют при нагревании в 50—60 см³ воды. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Аликвотную часть 20—50 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, 5 см³ ортофосфорной кислоты и нагревают до кипения, приливают 10 см³ раствора йоднокислого калия с массовой долей 5 %, нагревают до кипения и после появления окраски перманганат-иона выдерживают при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 30 мин. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны 500—550 нм или спектрофотометре при длине волны 525 нм. В качестве раствора сравнения служит часть анализируемого раствора, в котором марганцовая кислота разрушена одной-двумя каплями раствора азотистокислого натрия. Массу марганца по градуировочному графику находят по разности оптических плотностей раствора пробы и раствора контрольного опыта.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью по 250 см³ соответственно приливают 1, 3, 5, 7, 9 и 11 см³ стандартного раствора сернокислого марганца. К раствору каждой колбы приливают 5 см³ воды, 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, 5 см³ ортофосфорной кислоты, нагревают до кипения, приливают 5 см³ раствора йоднокислого калия и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли марганца приведены в таблице.

%

Массовая доля марганца	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,10 до 0,2 включ.	0,015	0,019	0,016	0,020	0,010
Св. 0,2 » 0,5 »	0,024	0,030	0,025	0,031	0,016
» 0,5 » 1,0 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   И.К. Майборода, В.В. Мирошниченко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.08.78 № 2330**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14021.6—68**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277—75	2.2	ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 6552—80	2.2
ГОСТ 4197—74	2.2	ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 4201—79	2.2	ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 4233—77	2.2	ГОСТ 28473—90	1.2
ГОСТ 4328—77	2.2		

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

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в мае 1989 г. (ИУС 8—89)**

Редактор *В.П. Огурцов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.04.99. Подписано в печать 21.04.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50.
Тираж 132 экз. С2649 Зак. 1013.

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

gost.e-ecolog.ru