МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения марганца

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353- ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.18—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Средства измерений и вспомогательные устройства 1
5 Порядок проведения измерений 2
6 Обработка результатов измерений 2
7 Допустимая погрешность измерений 2
8 Требования к квалификации 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения марганца

Sponge titanium.
Method for determination of manganese

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения марганца в губчатом титане (при массовой доле марганца от 0,0005 % до 0,1 %) по ГОСТ 17746.

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, окислении марганца до марганцевой кислоты йодатом калия (натрия) и последующем измерении оптической плотности раствора.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6008—90 Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю марганца определяют по двум навескам.

3.4 При построении градуировочного графика каждая градуировочная точка строится по среднему арифметическому результатов двух измерений.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или колориметр фотоэлектрический концентрационный, или аналогичный прибор.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461,разбавленная 1:3 и 1:4.

Кислота соляная (хлористоводородная) по ГОСТ 14261.

Пероксид водорода по ГОСТ 10929, разбавленный 1:1, и раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Издание официальное

Калия перманганат (калий марганцовокислый), стандарт-титр по действующему нормативному документу.

Натрия йодат (натрий йоднокислый) метакристаллический по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3 готовят: 25 г йодата натрия растворяют в 400 см^3 горячей азотной кислоты (1:4), охлаждают и разбавляют до 500 см^3 раствором азотной кислоты.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: раствор перманганата калия молярной концентрации 0,02 моль/дм^3, приготовленный из стандарт-титра (фиксанала), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, по каплям добавляют раствор пероксида водорода (1:1), при непрерывном перемешивании до обесцвечивания раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0011 г марганца.

Раствор А′: 1,1 г металлического марганца растворяют при нагревании в 20 см^3 хлористоводородной кислоты, осторожно по каплям прибавляют 1—2 см^3 азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А′ содержит 0,0011 г марганца.

Раствор Б: 2 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000022 г марганца.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску массой 0,1 — 1,0 г помещают в два стакана вместимостью 100 см^3, приливают 45 см^3 серной кислоты, разбавленной 2:5, накрывают часовым стеклом или стеклянной воронкой и растворяют при нагревании.

По окончании растворения пробы в раствор по каплям добавляют раствор пероксида водорода до исчезновения фиолетовой окраски, затем раствор упаривают до паров серного ангидрида. Раствор охлаждают, приливают 15 см^3 воды, 7 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3, в один из стаканов вводят 15 см^3 раствора йодата натрия (или примерно 0,5 г сухого кристаллического) и кипятят в течение 10 мин. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 530 нм и толщине поглощающего слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор пробы без добавления йодата натрия (калия).

5.2 Для построения градуировочного графика в семь из восьми стаканов вместимостью 100 см^3 помещают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,0000044; 0,000011; 0,000022; 0,000044; 0,000066; 0,000088; 0,00011 г марганца.

Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта и служит раствором сравнения.

Во все стаканы приливают 12 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной 2:5, добавляют 15 см^3 воды, 7 см^3 раствора азотной кислоты (1:3) и нагревают до кипения. Далее поступают, как указано в 5.1.

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю марганца X, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса марганца в растворе пробы,найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами двух измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Впроцентах

Массовая доля марганца	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0005 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0003	0,0002
Св. 0,0020 » 0,0080 »	0,0008	0,0009	0,0007
» 0,008 » 0,030 »	0,002	0,003	0,002
» 0,030 » 0,100 »	0,010	0,011	0,010

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Контроль точности результатов анализа проводят по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А′.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295:546.711.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение марганца, фотометрический метод

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *И.С.Гришанова*
Корректор *В.С.Черная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.02.2000. Подписано в печать 12.04.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47. Тираж 204 экз. С 4858. Зак. 320.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru