ГОСТ 16698.1—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ И МАРГАНЕЦ АЗОТИРОВАННЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Издание официальное

БЗ 4—92/404

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Российской Федерацией Техническим комитетом ТК 8 «Ферросплавы»
ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 17 февраля 1993 г.
За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование государственного органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Казглавстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрология и сертификации от 28.11.94 № 288 Межгосударственный стандарт ГОСТ 16698.1—93 «Марганец металлический и марганец азотированный. Метод определения марганца» введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.07.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 16698.1—71

© Издательство стандартов, 1995

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

П
2—2632

СОДЕРЖАНИЕ

1 Назначение и область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Аппаратура, реактивы и растворы 2
5 Проведение анализа 4
6 Обработка результатов 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ И МАРГАНЕЦ АЗОТИРОВАННЫЙ

Метод определения марганца

Metallic manganese and nitrated manganese.
Method for determination of manganese

Дата введения 1995—07—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения марганца в металлическом и азотированном марганце при массовой доле марганца от 80,0 до 96,5 %. При массовой доле свыше 96,5 % определение марганца проводят по разности.

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до трехвалентного раствором марганцево-кислого калия в нейтральной среде в присутствии комплексообразователя — пирофосфорного кислого натрия или калия.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 342—77 Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 26999—86 Марганец металлический и марганец металлический азотированный. Методы отбора и подготовки проб для химического и физикохимического анализов

ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие методы к методам анализа

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2 Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26999.

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для потенциометрического титрования с индикаторным платиновым и сравнительным вольфрамовым, хлорсеребряным или каломельным электродами.

Мешалка магнитная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная плотностью 1,5 г/см^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Бромтимоловый синий, спиртовой раствор 1 г/дм^3: 0,1 г бромтимолового синего растворяют в 20 см^3 этилового спирта, а затем разбавляют водой до объема 100 см^3.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор 200 г/дм^3.

Натрий дифосфат 10-водный по ГОСТ 342, насыщенный раствор:

120 г пирофосфата натрия растворяют в 1 дм^3 воды при нагревании до 70 °С, охлаждают и дают выкристаллизоваться избытку пирофосфата натрия. Раствор готовят перед применением.

Калий пирофосфорно-кислый, раствор 100 г/дм^3.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490, перекристаллизованный.

Перекристаллизацию проводят следующим образом: 250 г марганцово-кислого калия растворяют в 800 см³ горячей (~80 °С) воды. Горячий раствор фильтруют с отсасыванием через стеклянную фильтрующую воронку № 2 или № 3, фильтрат переливают в фарфоровую чашку и охлаждают при непрерывном помешивании. Выделившиеся мелкие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на пористый стеклянный фильтр, промывают небольшим количеством холодной воды и высушивают на стекле на воздухе, а затем в сушильном шкафу при температуре 80—90 °С в течение 2—3 ч. Хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490, раствор: 1,0 г реактива помещают в стакан вместимостью 1 дм³ и растворяют в 600—800 см³ воды при нагревании. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в склянку из темного стекла и оставляют на 8—10 дней. Отстоявшийся раствор сифонируют в другую склянку из темного стекла через стеклянную вату или фильтруют через фильтрующую воронку с пористой пластинкой.

Массовую концентрацию раствора марганцово-кислого калия устанавливают по марганцово-кислому калию:

1,0000 г марганцово-кислого калия (перекристаллизованного) смачивают водой и растворяют при нагревании в 30 см³ раствора соляной кислоты в стакане вместимостью 200—250 см³. Раствор выпаривают досуха, прибавляют 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты, приливают 20 см³ раствора серной кислоты и выпаривают до паров серной кислоты. После охлаждения растворяют соли в 40—50 см³ воды при нагревании, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора, равную 25,0 см³, и вливают при перемешивании на магнитной мешалке в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 100 см³ раствора дифосфата натрия или калия. Далее анализ ведут, как указано в 3.3.

Массовую концентрацию раствора марганцово-кислого калия c, г/см³ марганца, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m_1 \cdot 0,3476}{V - V_1}, \qquad (1)$$

где m_1 масса навески марганцово-кислого калия, взятая для титрования, г;

V — объем раствора марганцово-кислого калия, израсходованный на титрование, см³;

V_1 — объем раствора марганцово-кислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

0,3476 — коэффициент пересчета марганцово-кислого калия на марганец.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1 Навеску пробы массой 0,5 г растворяют в 30 см³ раствора азотной кислоты в стакане вместимостью 400 см³. По окончании реакции прибавляют несколько капель фтористоводородной кислоты, раствор нагревают на плите и умеренно кипятят 5—10 мин, охлаждают, затем осторожно приливают 20 см³ раствора серной кислоты и выпаривают раствор до паров серной кислоты. После охлаждения соли растворяют в 40—50 см³ воды при нагревании и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Или: навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, смачивают водой и приливают 30 см³ раствора азотной кислоты, 10 см³ фтористоводородной кислоты и 10 см³ хлорной кислоты. Нагревают и выпаривают содержимое чашки досуха. После охлаждения приливают 20 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем приливают 10 см³ соляной кислоты, 50—60 см³ воды и нагревают до растворения солей. После этого раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

5.2 Отбирают аликвотную часть раствора, приготовленного по 5.1, равную 25,0 см³, и вливают небольшими порциями, при постоянном перемешивании на магнитной мешалке в стакан вместимостью 400 см³, в котором содержится 100 см³ раствора пирофосфорно-кислого натрия или калия. Затем добавляют 15 капель раствора бромтимолового синего, нейтрализуют раствором углекислого натрия до перехода желтой окраски раствора в зеленую или раствором соляной кислоты до перехода синей окраски в зеленую (pH=7). После нейтрализации в раствор погружают электроды и титруют раствором марганцово-кислого калия до резкого отклонения стрелки милливольт-

метра. После 10—15 определений платиновый электрод очищают путем погружения на 1—2 мин в раствор соляной кислоты.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю марганца X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot (V_2 - V_3)}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где c — массовая концентрация раствора марганцово-кислого калия, выраженная в г/см^3 марганца;

V_2 — объем раствора марганцово-кислого калия, израсходованный на титрование раствора пробы, см^3;

V_3 — объем раствора марганцово-кислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

6.2 Нормы точности и нормативы контроля точности приведены в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_4	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения δ
От 80 до 96,5 включ.	0,4	0,6	0,5	0,6	0,3

УДК 669.74:006.354 В19 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: марганец металлический, марганец азотированный, аппаратура, реактивы, растворы, метод определения

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *А. С. Черноусова*
Оператор *Т. В. Александрова*

Сдано в набор 26.12.94 Подписано в печать 25.01.95. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70
Уч.-изд. л. 0,43. Тираж 472 экз. С 2042. Зак. 2632.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.

ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru