ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16412.0-80—ГОСТ 16412.7-80; ГОСТ 16412.9—80

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Академией наук УССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Трефилов, Ю. М. Несмачный, Т. Н. Назарчук, Л. Н. Кругай, В. И. Корнилова, Л. Д. Бернадская, Л. М. Дружинская, О. И. Коробий

ВНЕСЕНЫ Академией наук УССР

Член Президиума Академии наук УССР акад. АН УССР **Г. С. Писаренко**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689

УДК 669.11—492 : 546.711.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения марганца

Iron powder. Methods for the determination of manganese

ГОСТ 16412.4—80

Взамен ГОСТ 16412.4—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689 срок действия установлен

с 01.07 1981 г.
до 01.07 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический персульфатный (при массовой доле марганца от 0,1% и выше) и фотометрический (при массовой доле марганца от 0,02 до 0,8%) методы определения марганца в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16412.0—80.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ ПЕРСУЛЬФАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца надсернокислым аммонием в присутствии катализатора азотнокислого серебра до марганцовой кислоты с последующим титрованием семивалентного марганца раствором арсенит-нитрита натрия. В качестве титрованного раствора допускается также использование раствора тиосульфата натрия.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

2.2. Реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 2 : 3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58.

Смесь кислот: к 500 мл воды осторожно, при непрерывном перемешивании, приливают 125 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают, приливают 100 мл ортофосфорной кислоты и 275 мл концентрированной азотной кислоты и перемешивают.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478—75, 15%-ный свежеприготовленный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1%-ный раствор.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 15%-ный раствор.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74.

Натрий мышьяковистокислый, содержащий азотистокислый натрий (арсенит-нитрит натрия), титрованный раствор: 0,2 г мышьяковистого ангидрида помещают в стакан вместимостью 600 мл, растворяют в 25 мл 15%-ного раствора гидроокиси натрия при умеренном нагревании и непрерывном размешивании. Раствор разбавляют водой до 200 мл, охлаждают, приливают разбавленную серную кислоту до кислой реакции по лакмусу и добавляют избыток ее 2—3 мл. Избыток серной кислоты нейтрализуют двууглекислым натрием по лакмусу. К полученному раствору прибавляют 0,85 г азотистокислого натрия и перемешивают до растворения соли. Содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки, тщательно перемешивают.

Раствор арсенит-нитрита натрия можно также приготовить из мышьяковистокислого натрия: 0,4 г мышьяковистокислого натрия растворяют в 200 мл воды, прибавляют 0,75 г азотистокислого натрия, перемешивают до полного растворения, разбавляют водой до 1 л и тщательно перемешивают.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат) по ГОСТ 244—76, титрованный раствор: 0,65 г тиосульфата натрия растворяют на холоду в 1 л свежепрокипяченной и охлажденной воды. К полученному раствору для его стабилизации добавляют 0,2 г натрия углекислого, тщательно перемешивают и дают отстояться 10 сут. Раствор тиосульфата натрия хранят в темных склянках, защищенных от действия окислителей и углекислого газа воздуха.

Устанавливают титр раствора мышьяковистокислого натрия и серноватистокислого натрия по стандартному образцу стали, близкому по химическому составу и массовой доле марганца к анализируемому железному порошку.

Титр раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия (T), выраженный в г/мл марганца, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C_{ст} \cdot m}{V \cdot 100},$$

где $C_{ст}$ — массовая доля марганца в стандартном образце, %;
m — масса стандартного образца, г;
V — объем раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, мл.

2.3. Проведение анализа

При определении массовой доли марганца берут массу навески железного порошка:

1 г — при массовой доле марганца от 0,1 до 0,2%;

0,2 г — при массовой доле марганца от 0,2% и выше и помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл, приливают 30 мл смеси кислот и содержимое колбы умеренно нагревают до растворения всей навески. Раствор кипятят 5 мин для удаления окислов азота. К раствору прибавляют 100 мл воды, 5 мл раствора азотнокислого серебра, 2 мл свежеприготовленного раствора надсернокислого аммония и кипятят содержимое колбы не более 1 мин. Колбу с раствором снимают с плиты, выдерживают в теплом месте 5 мин (до прекращения выделения пузырьков кислорода). Затем охлаждают в проточной воде до комнатной температуры и немедленно титруют марганцовую кислоту раствором арсенита-нитрита натрия (или тиосульфата натрия). Титрованный раствор приливают со скоростью 5—6 мл/мин до перехода окраски титруемого раствора в бледно-розовую, последующие порции раствора прибавляют по каплям до полного исчезновения розовой окраски.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия, израсходованный на титрование раствора пробы, мл;
V_1 — объем раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл;
T — титр раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия, выраженный в г/мл марганца;
m — масса навески железного порошка, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице (см. п. 3.4.2).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении ионов двухвалентного марганца до семивалентного периодатом калия в сернокислом растворе. Определению мешают ионы трехвалентного железа. Для их маскировки, а также с целью предотвращения образования нерастворимых соединений периодата марганца применяют фосфорную кислоту.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

Фотоколориметр ФЭК-56 или аналогичного типа, обеспечивающий такую же погрешность измерений.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Смесь кислот для растворения: к 500 мл воды, осторожно при непрерывном помешивании, приливают 90 мл серной кислоты, охлаждают и приливают 275 мл азотной кислоты.

Смесь серной и фосфорной кислот: к 700 мл воды осторожно при непрерывном перемешивании приливают 150 мл серной кислоты, охлаждают, приливают 150 мл фосфорной кислоты, перемешивают и охлаждают.

Калий йоднокислый (периодат) по нормативно-технической документации.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 3%-ный раствор.

Карбонильное железо, ос. ч.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Вода, свободная от восстанавливающих веществ: в колбу вместимостью 2 л наливают 1 л воды, приливают по каплям серную кислоту до pH 3 по универсальной индикаторной бумаге и нагревают до кипения, затем колбу снимают с плиты, прибавляют несколько кристаллов периодата калия, кипятят 5 мин и охлаждают.

Стандартные растворы марганца А и Б.

Раствор А: 0,2877 г марганцовокислого калия помещают в стакан вместимостью 250 мл и растворяют в 100 мл воды, добавляют 20 мл разбавленной серной кислоты, нагревают, добавляют по каплям раствор перекиси водорода до обесцвечивания и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Раствор ох-

лаждают, разбавляют холодной водой, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят водой до метки и перемешивают.

1 мл стандартного раствора А содержит 0,0001 г марганца.

Раствор Б: 200 мл стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят водой до метки и перемешивают.

1 мл стандартного раствора Б содержит 0,00002 г марганца.

Стандартный раствор Б готовят перед применением.

3.3. Проведение анализа

Для определения марганца берут следующие навески железного порошка: 1 г (при массовой доле марганца от 0,02 до 0,20%), 0,5 г (при массовой доле марганца 0,20 до 0,40%), 0,25 г (при массовой доле 0,40 до 0,80%) и помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 50 мл смеси кислот и растворяют при умеренном нагревании. После растворения железного порошка раствор кипятят 3—5 мин до удаления окислов азота. Содержимое стакана охлаждают, добавляют 20 мл воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора 10 мл помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляют 25 мл воды, 15 мл смеси серной и фосфорной кислот, 0,5 г йоднокислого калия. Содержимое колбы нагревают до кипения, кипятят 3 мин и выдерживают в теплом месте 10 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 20—50 мм (λ_{max}=525 нм). Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику.

3.3.1. *Построение градуировочного графика*

В шесть конических колб вместимостью 250 мл помещают по 0,1 г карбонильного железа и 1, 3, 5, 7, 9, 11 мл стандартного раствора Б марганца, что соответствует 0,02; 0,06; 0,10; 0,14; 0,18; 0,22% марганца при навеске массой 1 г и аликвотной части раствора 10 мл. Затем приливают по 20 мл смеси кислот для растворения. Раствор кипятят до удаления окислов азота, прибавляют по 25 мл воды, 0,5 г йоднокислого калия, кипятят в течение 3 мин и оставляют в теплом месте на 10 мин. Растворы охлаждают, переливают в мерные колбы вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Величину оптической плотности окрашенных растворов измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 20—50 мм относительно раствора сравнения.

Раствором сравнения служит навеска карбонильного железа, проведенная через все стадии анализа, в которую не добавляли стандартный раствор марганца.

По полученным значениям оптической плотности растворов строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю марганца в интервале от 0,02 до 0,20% (навеска массой 1 г, аликвотная часть раствора 10 мл) находят по графику, построенному для указанного интервала.

Массовую долю марганца в интервале от 0,20 до 0,40% (навеска массой 0,5 г, аликвотная часть раствора 10 мл), находят по графику, построенному для интервала от 0,02 до 0,20%, умножая результат на 2.

Массовую долю марганца в интервале от 0,40 до 0,80% (навеска массой 0,25 г, аликвотная часть раствора 10 мл) находят по графику, построенному для интервала от 0,02 до 0,20%, умножая результат на 4.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,02 до 0,05	0,005
Св. 0,05 „ 0,20	0,01
„ 0,20 „ 0,40	0,02
„ 0,40 „ 0,80	0,03

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 16412.0—80 Порошок железный. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 16412.1—80 Порошок железный. Методы определения железа. . . 3

ГОСТ 16412.2—80 Порошок железный. Методы определения фосфора . . 8

ГОСТ 16412.3—80 Порошок железный. Методы определения кремния . . 16

ГОСТ 16412.4—80 Порошок железный. Методы определения марганца . 22

ГОСТ 16412.5—80 Порошок железный. Методы определения серы . . 28

ГОСТ 16412.6—80 Порошок железный. Метод определения кислорода . 35

ГОСТ 16412.7—80 Порошок железный. Методы определения углерода . . 39

ГОСТ 16412.9—80 Порошок железный. Методы спектрального определения кремния и марганца 48

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 24.06.80 Подп. к печ. 02.09.80 3,25 п. л. 3,35 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1021

gost.e-ecolog.ru