ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

ГОСТ 6689.6—92

Издание официальное

15 р. 50 к. БЗ 5—92/631

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения марганца

Nickel, nickel and copper-nickel alloys.
Methods for the determination of manganese

ГОСТ
6689.6—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,5 до 15%), фотометрический (при массовой доле марганца от 0,001 до 1,5%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,001 до 6%) методы определения марганца в никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного надсернокислым аммонием в кислой среде в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора и титровании раствором серноватисто-кислого натрия до обесцвечивания раствора или солью Мора с потенциометрической или визуальной индикацией конца титрования.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр рН-340 или другой прибор того же класса точности.

Электрод индикаторный — платиновый электрод ЭТПЛ-01М.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Электрод сравнения — хлорсеребряный электрод ЭВЛ-1М, заполненный насыщенным раствором азотно-кислого калия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 1 : 9.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84 и раствор 2 г/дм³.

Кислота N-фенилантраниловая, раствор 4 г/дм³; 0,4 г реактива растворяют в 100 см³ теплого раствора углекислого натрия, фильтруют и хранят не более 10 дней.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 200 г/дм³ (раствор хранят не более 5 дней).

Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм³.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490, 0,01 моль/дм³ раствор.

Соль закиси железа и аммония двойная серно-кислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор 0,005 моль/дм³; 19,608 г соли Мора растворяют в 100 см³ серной кислоты (1 : 9) и этой же кислотой разбавляют до 1000 см³.

Натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия); 0,0025 моль/дм³ раствор: 1,3 г серноватисто-кислого натрия растворяют в 1000 см³ — свежеприготовленной и охлажденной воды. Для стабилизации массовой концентрации к раствору добавляют 0,05 г углекислого натрия. Массовую концентрацию раствора устанавливают по стандартному раствору марганца.

Марганец марки Мр0 или Мр00 по ГОСТ 6008.

Стандартный раствор марганца: 0,1 г марганца растворяют в 10 см³ серной кислоты (1 : 1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г марганца.

2.2.1. Установка массовой концентрации раствора соли Мора для потенциометрического титрования: к оттитрованному раствору пробы (п. 2.3.1) прибавляют 10 см³ раствора марганцово-кислого калия и снова титруют раствором соли Мора до скачка потенциала.

2.2.2. Установка массовой концентрации раствора соли Мора для визуального титрования с фенилантраниловой кислотой: в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 10 см³ серной кислоты (1 : 1), 10 см³ ортофосфорной кислоты, 100 см³ воды и 10 см³ раствора марганцово-кислого калия. Смесь охлаждают и титруют раствором соли Мора до слабо-розового окрашивания, затем добавляют 4—5 капель раствора фенилантраниловой кис-

лоты и продолжают титрование до перехода малиновой окраски раствора в желтую

Массовая концентрация раствора соли Мора (T) вычисляется по формуле

$$T = \frac{V \cdot 0{,}0005494}{V_1},$$

где 0,0005494 — масса марганца, соответствующая 1 см³ 0,01 моль/дм³ раствора марганцово-кислого калия, г,

V — объем 0,01 моль/дм³ раствора марганцово-кислого калия, взятый для титрования, см³,

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³

2 2 3 Установка массовой концентрации раствора серноватисто-кислого натрия: 5 см³ стандартного раствора марганца помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ серной кислоты (1 1), 90 см³ воды, 10 см³ ортофосфорной кислоты, 15 см³ раствора азотнокислого серебра и 20 см³ раствора надсернокислого аммония Смесь нагревают до кипения и кипятят до полного разрушения избытка надсернокислого аммония Окрашенный в фиолетовый цвет раствор быстро охлаждают и титруют марганцовую кислоту раствором серноватисто кислого натрия до исчезновения розовой окраски

Массовая концентрация раствора серноватисто-кислого натрия (T) вычисляется по формуле

$$T = \frac{0{,}005}{V},$$

где 0,005 — масса марганца, взятая на титрование, г,

V — объем раствора серноватистокислого натрия, затраченный на титрование, см³,

2 3 Проведение анализа

2 3 1 *Для сплавов, содержащих менее 0,1% кремния*

Навеску сплава (табл 1) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании.

Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют воду до объема 50—60 см³ и нагревают до растворения солей Затем добавляют 10 мл ортофосфорной кислоты, 15 см³ раствора азотнокислого серебра, 20—25 см³ раствора надсернокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят до пол-

ного разрушения избытка надсернокислого аммония (что узнают по прекращению выделения пузырьков кислорода).

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Масса навески, г
От 0,5 до 2 включ.	0,5
Св. 2 до 5 »	0,25
» 5 » 10 »	0,125
» 10 » 15 »	0,06

2.3.1.1. *Потенциометрическое титрование раствором соли Мора*

Горячий раствор, окрашенный в фиолетовый цвет, быстро титруют раствором соли Мора до скачка потенциала при перемешивании раствора магнитной мешалкой.

2.3.1.2. *Визуальное титрование раствором соли Мора*

Горячий раствор, окрашенный в фиолетовый цвет, быстро охлаждают, разбавляют водой до объема 150 см³ и титруют раствором соли Мора до слабо-розового окрашивания, затем прибавляют 4—5 капель раствора фенилантраниловой кислоты и продолжают титровать до перехода малиновой окраски в желтую.

2.3.1.3. *Титрование раствором сернова тистокислого натрия*

Горячий раствор, окрашенный в фиолетовый цвет, быстро охлаждают и титруют марганцовую кислоту раствором сернова тистокислого натрия до исчезновения розовой окраски.

2.3.2. *Для сплавов, содержащих свыше 0,1% кремния*

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см³ азотной кислоты, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Ополаскивают стенки чашки водой, добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 30—40 см³ воды, нагревают для растворения солей, раствор переносят в стакан вместимостью 250 см³. Затем добавляют 10 см³ ортофосфорной кислоты и далее анализ проводят, как указано в пп. 2.3.1, 2.3.1.1, 2.3.1.2 и 2.3.1.3.

2.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора соли Мора или серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см^3;

T — массовая концентрация раствора соли Мора или серноватистокислого натрия по марганцу, г/см^3;

m — масса навески, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,001 до 0,003 включ.	0,0007	0,001
Св 0,003 » 0,005 »	0,001	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,002	0,003
» 0,01 » 0,03 »	0,003	0,004
» 0,03 » 0,10 »	0,006	0,008
» 0,10 » 0,25 »	0,010	0,01
» 0,25 » 0,50 »	0,020	0,03
» 0,50 » 1,2 »	0,04	0,06
» 1,2 » 2,5 »	0,06	0,08
» 2,5 » 6,0 »	0,1	0,1
» 6,0 » 12,0 »	0,2	0,3
» 12,0 » 15,0 »	0,3	0,4

2.4.3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или атомно-абсорбционным методами, в соответствии с ГОСТ 25086

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окраски марганцовой кислоты после окисления двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием.

3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1 и 1 : 100.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4197, раствор 50 г/дм³.

Калий йоднокислый.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,02 моль/дм³ раствор.

Марганец марки Мр0 или Мр00 по ГОСТ 6008.

Стандартные растворы марганца

Раствор А: 0,1 г марганца растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и кипятят до удаления оксидов азота. Растворение можно проводить в 10 см³ серной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки.

Стандартный раствор А марганца можно также готовить из 0,02 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия: 9,1 см³ 0,02 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г марганца.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г марганца.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для сплавов, содержащих менее 0,1% кремния и не содержащих хром и вольфрам*

Навеску сплава (табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), 10 см³ ортофосфорной кислоты и растворяют при нагревании. После охлаждения ополаскивают стенки стакана водой и при массовой доле марганца менее 0,05% используют весь раствор, а при массовой доле свыше 0,05% полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Таблица 3

Массовая доля марганца, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см³	Используемый стандартный раствор марганца
От 0,001 до 0,005 включ.	2	Весь раствор	Б
Св. 0,005 » 0,01 »	1	Весь раствор	Б
» 0,01 » 0,05 »	1	Весь раствор	А
» 0,05 » 0,1 »	1	50	А
» 0,1 » 0,5 »	0,5	20	А
» 0,5 » 1,0 »	0,5	10	А
» 1,0 » 1,5 »	0,5	5	А

Аликвотную часть раствора (см. табл. 3) помещают в стакан вместимостью 100 см³, разбавляют водой до объема 50 см³ и добавляют 0,3 г йоднокислого калия. Если для фотометрирования используют весь раствор, то йоднокислый калий добавляют непосредственно в стакан, в котором производилось растворение. Раствор нагревают почти до кипения и выдерживают на водяной бане при 90°С около 20 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 или 5 см (в зависимости от массовой доли марганца) или на спектрофотометре при 528 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

В качестве раствора сравнения используют часть раствора пробы, в которой марганцовую кислоту восстанавливают до двухвалентного марганца добавлением по каплям раствора азотистокислого натрия.

3.3.2. *Для сплавов, содержащих вольфрам*

Навеску сплава (см. табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и раствор упаривают до сиропообразного состояния. Затем добавляют 100 см³ воды и раствор с осадком вольфрамовой кислоты выдерживают на горячей бане 5—10 мин. Осадок отфильтровывают на двойной плотный фильтр, стакан и осадок промывают 6—8 раз горячей азотной кислотой (1 : 100), собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 250 см³. Фильтр с осадком выбрасывают, а фильтрат упаривают до объема около 50 см³. К раствору добавляют 10 см³ ортофосфорной кислоты и 0,3 г йоднокислого калия, нагревают почти до кипения и выдерживают на водяной бане при температуре 90°С в течение 20 мин и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Для сплавов, содержащих свыше 0,1% хрома и кремния*

Навеску сплава (см. табл. 3) помещают в платиновую чашку, добавляют 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), 1—2 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. К охлажденному раствору добавляют 20 см³ серной кислоты и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и повторяют упаривание до начала выделения белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку добавляют 30 см³ воды и растворяют при нагревании.

При массовой доле марганца в сплаве менее 0,05% раствор переносят в стакан вместимостью 100 см³, разбавляют водой до 50 см³, добавляют 10 см³ ортофосфорной кислоты, 0,3 г йоднокислого калия и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

В случае анализа сплавов, содержащих хром, оптическую плотность раствора измеряют при 545—565 нм и используют градуировочный график, построенный при этой же длине волны.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

3.3.4.1. *По стандартному раствору марганца, приготовленному из металлического марганца*

В стаканы вместимостью по 100 см³ помещают последовательно 1.0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 и 7,0 см³ стандартного раствора А марганца (азотнокислый раствор для проведения анализа по пп. 3.3.1 и 3.3.2 или сернокислый раствор для проведения анализа по п. 3.3.3 при определении марганца от 0,001 до 0,01%) или 2,0; 4,0; 6,0; 8.0; 10,0; 12,0 см³ стандартного раствора Б марганца (азотнокислый раствор для анализа по пп. 3.3.1 и 3.3.2 и сернокислый раствор для анализа по п. 3.3.3 при массовой доле марганца от 0,01 до 0,5%), добавляют по 15 см³ азотной кислоты (1 : 1) и кипятят до удаления оксидов азота или добавляют по 10 см³ серной кислоты. К растворам прибавляют по 5 см³ ортофосфорной кислоты, по 0,3 г йоднокислого калия и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1. Для сплавов, содержащих хром, оптическую плотность раствора измеряют при 545—565 нм. При применении стандартного раствора А марганца оптическую плотность растворов градуировочного графика измеряют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 см, а при использовании стандартного раствора Б — 5 см.

3.3.4.2. *По стандартному раствору марганца, приготовленному из раствора марганцовокислого калия*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ последовательно помещают: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см³ стандартного раствора А марганца или 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 см³ стандартного раствора Б марганца, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано в пп. 3.3.1 и 3.3.4.1.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г

3 4 2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2

3 4 3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8 315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

4 1 Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами марганца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух

4 2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно абсорбционный спектрометр с источником излучения для марганца

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 100

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и 1 и 2 моль/дм³ растворы.

Смесь кислот· смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 · 1

Марганец по ГОСТ 6008

Стандартный раствор марганца 0,1 г марганца растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки

1 см³ раствора содержит 0,0001 г марганца

Медь по ГОСТ 859

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди

Никель по ГОСТ 849

Стандартный раствор никеля: 10 г никеля растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1) Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки

1 см³ раствора содержит 0,1 г никеля

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для сплавов, не содержащих олова, кремния, хрома, вольфрама и титана*

Навеску сплава массой (табл. 4) растворяют при нагревании в 10—20 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,5% 10 см³ раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Таблица 4

Массовая доля марганца, %	Масса навески, г	Объем стандартного раствора меди или никеля, см³
От 0,001 до 0,02 включ.	2	20
Св. 0,02 » 0,05 »	1	10
» 0,05 » 6,0 »	0,1	—

Измеряют атомную абсорбцию марганца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 279,5 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3.2. *Для сплавов с массовой долей олова свыше 0,05%*

Навеску сплава (см. табл. 4) растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 1 моль/дм³ раствором соляной кислоты. При массовой доле марганца свыше 0,5% 10 см³ раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 1 моль/дм³ раствором соляной кислоты. Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. *Для сплавов, содержащих кремний, титан и хром*

Навеску сплава (см. табл. 4) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10—20 см³ азотной кислоты (1 : 1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,5% 10 см³ раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 4.3.1.

4.3.4. *Для сплавов, содержащих вольфрам*

Навеску сплава (см. табл. 4) растворяют при нагревании в 10—20 $см^3$ азотной кислоты (1 : 1), затем добавляют 30 $см^3$ горячей воды, выпавший осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на плотный фильтр и промывают горячей азотной кислотой (1 : 100). Фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,5% 10 $см^3$ раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ 2 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 4.3.1.

4.3.5. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ помещают 0,2; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 $см^3$ стандартного раствора марганца, что соответствует 0,02; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 и 0,6 мг марганца. Во все колбы добавляют по 10 $см^3$ 2 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты. При массовой доле марганца менее 0,05% добавляют аликвотные объемы стандартных растворов (см. табл. 4) меди (если медь является основой сплава) или никеля (если никель является основой сплава) и доливают до метки водой. Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю марганца (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация марганца, найденная по градуировочному графику, г/$см^3$;

V — объем раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

4.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или титриметрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.6—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2.4.3, 3.4.3, 4.4.3
ГОСТ 84—76	2.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 849—70	4.2
ГОСТ 859—78	4.2
ГОСТ 1277—75	2.2
ГОСТ 3118—77	4.2
ГОСТ 4197—74	3.2
ГОСТ 4204—78	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4208—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 6008—90	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 6552—80	2.2, 3.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 20490—75	2.2, 3.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 2.4.3, 3.4.3
	4.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Р. Н. Корчагина*

С. Подп. в печ. 20.08 92. Усл. п. л. 1,0. Усл кр отт. 1,0. Уч.-изд. л. 0,77.
Тир. 730 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6 Зак. 1322

gost.e-ecolog.ru