Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения марганца

ГОСТ 1953.13—79

Tin bronze. Methods for the determination of manganese

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения марганца (от 0,05 % до 0,3 %) в оловянных бронзах.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2а.1. Сущность метода

Метод основан на измерении образовавшейся окраски перманганат-иона после окисления марганца (II) до марганца (VII) йоднокислым калием.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: 200 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, смешивают с 10 $см^3$ ортофосфорной кислоты и 50 $см^3$ серной кислоты.

Калий йоднокислый.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,1 н. раствор.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 50 г/$дм^3$.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 9,1 $см^3$ полученного 0,1 н. раствора марганцовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

1 $см^3$ раствора содержит 0,0001 г марганца.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску бронзы массой 1 г при массовой доле марганца от 0,05 % до 0,1 % и 0,2 г при массовой доле марганца от 0,1 % до 0,3 % помещают в стакан вместимостью 100 см^3, добавляют 35 см^3 смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения навески ополаскивают стекло и стенки стакана водой и кипятят 1—2 мин для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 50 см^3, добавляют 0,3 г йоднокислого калия, нагревают почти до кипения и выдерживают на водяной бане при 80—90 °С около 20 мин. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром или на спектрофотометре при 528 нм. В качестве раствора сравнения используют тот же раствор пробы, в котором марганцевую кислоту восстанавливают до двухвалентного марганца прибавлением по каплям раствора азотистокислого натрия.

3.2. Построение градуировочного графика

В колбы вместимостью по 100 см^3 последовательно помещают 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см^3 стандартного раствора марганца, доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 3.1, применяя раствор, не содержащий марганца в качестве раствора сравнения.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — количество марганца, найденное по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в таблице.

Массовая доля серы, %	d, %	D, %
От 0,05 до 0,10 включ.	0,006	0,008
Св. 0,10 » 0,20 »	0,01	0,01
» 0,20 » 0,30 »	0,02	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.5. Фотометрический метод применяется в случае разногласий в оценке качества оловянных бронз.

4.3—4.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

5.1. Сущность метода

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

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для марганца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Смесь кислот: смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Марганец по ГОСТ 6008.

Раствор марганца: 0,1 г марганца растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г марганца.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску бронзы массой 0,1 г растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

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

5.3.2. Построение градуировочного графика

В четыре из пяти мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 см^3 стандартного раствора марганца. Во все колбы приливают по 10 см^3 смеси кислот и доливают до метки водой.

Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

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

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

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в таблице.

5.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.13—76

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	4.4; 5.4.4	ГОСТ 4461—77	2; 5.2
ГОСТ 1953.1—79	1.1	ГОСТ 6008—90	5.2
ГОСТ 3118—77	5.2	ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 4197—74	2	ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 25086—87	1.1; 4.4; 5.4.4

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)

gost.e-ecolog.ru