УДК 669.715'782 : 546.711.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СИЛУМИН В ЧУШКАХ

Методы определения марганца

ГОСТ 1762.5-71

Aluminium-silicon alloy ingots.
Methods for determination of manganese

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.73
до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения марганца при массовой доле от 0,005 до 0,8% в силумине в чушках.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 1762.0—71.

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на измерении оптической плотности раствора марганцовой кислоты, образующейся при окислении двухвалентного марганца до семивалентного иоднокислым калием или натрием в кислой среде.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК, спектрофотометр типа СФ-16, СФ-26 или аналогичные.

Вода без восстановительных веществ; готовят следующим образом: воду, подкисленную серной кислотой (5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, на 1 дм^3 воды), доводят до кипения, прибавляют несколько кристаллов йоднокислого калия и кипятят в течение 10 мин.

Калий йоднокислый (периодат) или натрий йоднокислый.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь кислот; готовят следующим образом: к 550 см³ воды приливают при перемешивании 200 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и 250 см³ азотной кислоты.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой долей 2%.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Марганец металлический в виде стружки по ГОСТ 6008—82.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Марганец металлический при наличии окисного слоя предварительно очищают: несколько граммов металла помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют около 80 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и 100 см³ воды, перемешивают и через несколько минут сливают раствор.

Металл промывают два раза водой, затем ацетоном, сушат в сушильном шкафу при 100°С в течение 2 мин и охлаждают в эксикаторе.

Стандартные растворы марганца

Раствор А, готовят следующим образом: 0,2877 г марганцовокислого калия растворяют в воде, прибавляют 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, добавляют по каплям перекись водорода до обесцвечивания и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Остаток после охлаждения разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают или 0,1000 г марганца растворяют в стакане вместимостью 400 см³ под часовым стеклом в 20 см³ раствора серной кислоты с добавлением 100 см³ воды. Раствор кипятят несколько минут, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг марганца.

Раствор Б, готовят перед применением следующим образом: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг марганца.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При массовой доле марганца до 0,04%

Навеску силумина 0,5—1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 45—60 см³ смеси кислот и выпаривают до вы-

деления густых белых паров серного ангидрида. После охлаждения к остатку прибавляют 80—100 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Горячий раствор фильтруют через плотный фильтр с бумажной массой, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см³. Осадок на фильтре промывают горячей водой.

Фильтрат выпаривают приблизительно до 45 см³. К горячему раствору прибавляют 5 см³ ортофосфорной кислоты, нагревают до кипения и прибавляют 0,3 г периодата калия. Полученный раствор перемешивают до растворения периодата калия, кипятят 5 мин до выявления окраски и затем помещают колбу с раствором на 35—40 мин на песчаную баню. Во время нагревания и кипячения прибавляют воду для сохранения первоначального объема жидкости. Охлажденный окрашенный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, предварительно обмытую водой, не содержащей восстановительных веществ, разбавляют этой же водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 528 нм. Раствором сравнения служит вода.

После измерения оптической плотности обесцвечивают марганцовую кислоту с помощью двух-трех капель раствора нитрита натрия, прибавляют его в кювету и снова измеряют оптическую плотность раствора. Разница между оптической плотностью окрашенного раствора и оптической плотностью фона представляет собой оптическую плотность марганцевой кислоты.

Содержание марганца находят по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

3.1.1. *Приготовление раствора контрольного опыта*

30 см³ смеси кислот помещают в стакан вместимостью 250 см³ и выпаривают досуха, не прокаливая. К остатку приливают небольшое количество горячей воды и перемешивают, затем приливают 30 см³ смеси кислот, нагревают до выделения паров серного ангидрида, охлаждают, разбавляют водой до объема около 45 см³, прибавляют 5 см³ ортофосфорной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

3.1.2. *Построение градуировочного графика*

В семь конических колб вместимостью 250 см³ приливают последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12; 0,15; 0,20 мг марганца, добавляют по 20 см³ смеси кислот, разбавляют водой до объема приблизительно 45 см³, прибавляют по 5 см³ ортофосфорной кислоты, нагревают до кипе-

ния, прибавляют 0,3 г периодата калия и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

В качестве раствора сравнения используют воду.

По полученным значениям оптической плотности и известным массам марганца в растворе строят градуировочный график.

3.2. При массовой доле марганца от 0,04% до 0,8%

Навеску силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ смеси кислот и выпаривают до начала выделения густых белых паров серного ангидрида. После охлаждения к остатку прибавляют 60—70 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей, затем раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³.

Раствор в мерной колбе доливают до метки водой и перемешивают.

Часть раствора фильтруют через сухой плотный фильтр в сухую колбу.

Для окисления марганца отбирают аликвотную часть раствора 50 см³ в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, разбавляют водой до получения объема приблизительно 80 см³, прибавляют 5 см³ ортофосфорной кислоты, нагревают до кипения и прибавляют 0,3 г периодата калия. Полученный раствор перемешивают до растворения периодата калия, кипятят 5 мин до выявления окраски и затем помещают колбу с раствором на 30 мин на песчаную баню. Во время нагревания и кипячения прибавляют воду для сохранения первоначального объема жидкости. Охлажденный окрашенный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, предварительно обмытую водой, не содержащей восстановительных веществ, разбавляют этой же водой до метки, перемешивают. Раствором сравнения служит вода. Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 528 нм.

Раствор контрольного опыта приготовляют одновременно с анализируемым раствором с тем же количеством реактивов.

3.2.1. *Построение градуировочного графика*

В восемь конических колб вместимостью 250 см³ приливают последовательно 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг марганца, добавляют по 20 см³ смеси кислот, разбавляют до объема примерно 45 см³, добавляют 5 см³ ортофосфорной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.2.

В качестве раствора сравнения используют воду.

Измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптической плотности и известным массам марганца в растворах строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовая доля марганца (X) в процентах (при проведении анализа по п. 3.1) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

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

m — масса навески силумина, г.

4.2. Массовая доля марганца (X) в процентах (при проведении анализа по п. 3.2) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{v_1 \cdot m \cdot 1000},$$

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

V — общий объем раствора, см^3;

v_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески силумина, г.

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

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,005	0,008
» 0,030 » 0,100 »	0,007	0,010
» 0,100 » 0,250 »	0,010	0,020
» 0,250 » 0,800 »	0,030	0,050

(Измененная редакция, Изм. № 2).

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Сущность метода состоит в измерении атомной абсорбции марганца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 279,5 нм.

5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрометр атомно-абсорбционный модели Перкин-Эльмер, «Сатурн» или аналогичный.

Лампа с полым катодом, предназначенная для определения марганца.

Ацетилен в баллонах, технический по ГОСТ 5457—75.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 1000°С.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Чашки платиновые, серебряные, никелевые.

Алюминий марки А-999 по ГОСТ 11069—74.

Раствор алюминия А, 20 г/дм^3 готовят следующим образом: 10,0 г алюминия помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 250 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании с добавлением 1 см^3 хлористого никеля. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Раствор кремния Б, 1 г/дм^3: 2,14 г тонко растертой в агатовой или оргстекла ступке и предварительно прокаленной в течение одного часа при температуре 1000°С двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 15 г безводного углекислого натрия при температуре 900°С до получения прозрачного плава, в течение 15 мин. Плав растворяют в воде при нагревании в платиновой, серебряной или никелевой чашке. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Раствор оксида натрия В, 100 г/дм^3 готовят следующим образом: 190 г высушенного при температуре 105°С в течение 30 мин хлористого натрия растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490—75.

Марганец металлический в виде стружки по ГОСТ 6008—82; очистку окисной пленки проводят по разд. 2.

Стандартные растворы марганца

Раствор Д: 2,8767 г марганцевокислого калия помещают в стакан вместимостью 600 см^3, помещают в стакан, прибавляют 200 см^3 воды и 20 см^3 раствора серной кислоты, растворяют при нагревании. К раствору добавляют по каплям раствор пероксида водорода до обесцвечивания, выпаривают до паров серной кислоты. Остаток после охлаждения разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и

перемешивают или 1,000 г металлического марганца растворяют в стакане вместимостью 600 см³ под часовым стеклом в 20 см³ раствора серной кислоты с добавлением 100 см³ воды. Раствор кипятят в течение 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Д содержит 1 мг марганца.

Раствор Е: отбирают пипеткой 20 см³ раствора Д в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Е содержит 0,1 мг марганца.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор с массовой долей 0,2%.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1%.

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Навеску пробы силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и приливают 20 см³ раствора гидроокиси натрия. По окончании бурной реакции раствор нагревают на песчаной бане до полного растворения сплава, добавляют примерно 100 см³ воды и осторожно в охлажденный раствор приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор нагревают до просветления, прибавляют 1 см³ раствора пероксида водорода и кипятят 3—5 мин для разрушения ее избытка.

Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Одновременно проводят контрольный опыт, используя все реактивы при растворении пробы силумина с добавлением 20 см³ раствора алюминия А.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в растворе пробы, растворе контрольного опыта и в растворах, приготовленных для построения градуировочного графика при длине волны 279,5 нм в пламени воздух-ацетилен.

Массовую долю марганца определяют по градуировочному графику, который строят при каждой съемке.

6.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью 250 см³ приливают последовательно по 12,5 см³ раствора А, по 7 см³ раствора В и соответственно 0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 12,5; 25,0; 40,0 см³ раствора Е, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,05; 0,10; 0,25; 0,5; 0,8% массовой доли марганца в силумине.

Растворы доводят водой до объема 100 см³ и медленно порциями, тщательно перемешивая, приливают по 25 см³ раствора

Б, прибавляют 3—4 капли индикатора метилового оранжевого и по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:1, до изменения окраски индикатора в красный цвет. Затем растворы в колбах доводят до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 6.1.

По полученным значениям атомной абсорбции растворов и известным значениям массовых долей марганца строят градуировочный график.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю марганца в процентах находят по градуировочному графику, за вычетом контрольного опыта.

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

Разд. 5—7. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ СТАНДАРТА

А. А. Костюков, Г. А. Романов, Н. М. Герцева, А. П. Нечитайлов, В. А. Лавров

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.10.77 № 141**

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 1762—51 (в части разд. VI)**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	Разд. 5
ГОСТ 1762.0—71	1.1
ГОСТ 2603—79	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 5
ГОСТ 4038—79	Разд. 5
ГОСТ 4197—74	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 4233—77	Разд. 5
ГОСТ 4328—77	Разд. 5
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 5457—75	Разд. 5
ГОСТ 6008—82	Разд. 2, 5
ГОСТ 6552—80	Разд. 2
ГОСТ 9428—73	Разд. 5
ГОСТ 10929—76	Разд. 2, 5
ГОСТ 11069—74	Разд. 5
ГОСТ 20490—75	Разд. 2, 5

6. **Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 27.03.89 № 742**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1989 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1984 г., в марте 1989 г. (ИУС 12—84, 6—89)**

gost.e-ecolog.ru