Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

## Методы определения марганца

**ГОСТ 15027.4—77**

Non-tin bronze.
Methods for the determination of manganese

ОКСТУ 1709

**Дата введения 01.01.79**

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,5% до 6%), фотометрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,01% до 3,5%), потенциометрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 8% до 16%) и атомно-абсорбционный метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,01% до 6%) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ ПЕРСУЛЬФАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного надсернокислым аммонием в кислой среде в присутствии катализатора азотнокислого серебра и титровании семивалентного марганца раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания раствора или солью Мора с потенциометрическим установлением конечной точки титрования или визуальным с фенилантраниловой кислотой в качестве индикатора.

### 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр типа ЛПМ-60М.

Электрод платиновый типа ЭТПЛ-01М.

Электрод азотносеребряный (готовят из хлорсеребряного электрода ЭВЛ-1М, не бывшего в употреблении, заполнением его насыщенным раствором азотнокислого калия).

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, насыщенный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,01 моль/дм$^3$.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 200 г/дм$^3$.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277 раствор 10 г/дм$^3$.

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84 и раствор 20 г/дм$^3$.

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**



gost.e-ecolog.ru

Смесь кислот; готовят следующим образом: к 525 см$^3$ воды приливают осторожно небольшими порциями при перемешивании 100 см$^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 250 см$^3$ концентрированной азотной кислоты и 125 см$^3$ ортофосфорной кислоты.

Марганец марки Мр0, Мр00 по ГОСТ 6008.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 0,1 г марганца растворяют в 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора содержит 0,001 г марганца.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), 0,0025 моль/дм$^3$ раствор; готовят следующим образом: 1,30 г серноватистокислого натрия растворяют в 1 дм$^3$ свежепрокипяченной и охлажденной воды.

Для стабилизации титра к раствору прибавляют 0,05 г углекислого натрия. Титр раствора тиосульфата натрия устанавливают по стандартному раствору марганца.

Кислота фенилантраниловая, раствор 4 г/дм$^3$ готовят следующим образом: 0,4 г фенилантраниловой кислоты растворяют в 100 см$^3$ теплого раствора углекислого натрия. Раствор фильтруют и хранят не более 10 дней.

Соль Мора (двойная сернокислая соль двухвалентного железа и аммония) по ГОСТ 4208, 0,025 моль/дм$^3$ раствор; готовят следующим образом: 19,608 г соли Мора растворяют в 100 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1:9, и той же кислотой разбавляют до 1 дм$^3$.

*Установка титра раствора тиосульфата натрия*

5 см$^3$ стандартного раствора марганца помещают в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, приливают 20 см$^3$ смеси кислот и кипятят 5 мин для удаления окислов азота. Затем приливают 80 см$^3$ воды, 15 см$^3$ раствора азотнокислого серебра и 20 см$^3$ раствора надсернокислого аммония. Раствор нагревают 15—20 мин при слабом кипении до полного разрушения избытка надсернокислого аммония, о чем свидетельствует прекращение выделения мелких пузырьков кислорода. Окрашенный в фиолетовый цвет раствор быстро охлаждают и титруют марганцовую кислоту 0,0025 моль/дм$^3$ раствором тиосульфата натрия до исчезновения розовой окраски.

Титр раствора тиосульфата натрия ($T$), выраженный в граммах марганца на 1 см$^3$ раствора, вычисляют по формуле

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

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

$V$ — объем раствора тиосульфата натрия, затраченный на титрование, см$^3$.

*Установка титра раствора соли Мора для потенциометрического титрования*

К оттитрованному раствору пробы (см. п. 2.3.2) прибавляют 10 см$^3$ 0,01 моль/дм$^3$ раствора марганцовокислого калия и снова титруют потенциометрически раствором соли Мора до скачка потенциала.

*Установка титра раствора соли Мора для визуального титрования с фенилантраниловой кислотой*

В коническую колбу вместимостью 250 см$^3$ помещают 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см$^3$ ортофосфорной кислоты, 100 см$^3$ воды и 10,0 см$^3$ 0,01 моль/дм$^3$ раствора марганцовокислого калия.

Охлажденную смесь титруют раствором соли Мора до слабо-розового окрашивания, затем прибавляют 4—5 капель раствора фенилантраниловой кислоты и дотитровывают до перехода малиновой окраски в светло-желтую.

Титр раствора соли Мора ($T_1$), выраженный в граммах марганца на 1 см$^3$ раствора, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{V \cdot 0{,}0005494}{V_1},$$

где 0,0005494 — масса марганца, соответствующая 1 см$^3$ 0,01 моль/дм$^3$ раствора марганцовокислого калия, г;

$V$ — объем 0,01 моль/дм$^3$ раствора марганцовокислого калия, взятый для титрования, см$^3$;

$V_1$ — объем раствора соли Мора, затраченный на титрование, см$^3$.

**2.3. Проведение анализа**

2.3.1. *При титровании раствором тиосульфата натрия*

2.3.1.1. Для сплавов с массовой долей кремния не более 0,2%.

Навеску бронзы в зависимости от содержания марганца (табл. 1) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$ и растворяют в 20 см$^3$ смеси кислот при нагревании.

Раствор кипятят 5 мин для удаления окислов азота, затем приливают 80 см$^3$ воды, 15 см$^3$ раствора азотнокислого серебра, 20 см$^3$ раствора надсернокислого аммония, нагревают раствор до кипения и выдерживают при 90—95 °С в течение 15—20 мин до полного разрушения избытка надсернокислого аммония (до прекращения выделения мелких пузырьков кислорода) и далее анализ ведут как указано в п. 2.3.1.2.

Таблица 1

| Массовая доля марганца, % | Масса навески, г |
|---|---|
| От 0,5 до 1,0 | 0,5 |
| Св. 1,0 » 3,0 | 0,2 |
| » 3,0 » 6,0 | 0,1 |

2.3.1.2. *Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,2 %*

Навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см$^3$ фтористоводородной кислоты. После полного растворения сплава приливают 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1 :1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 30 см$^3$ воды и нагревают до растворения солей и раствор переводят в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, ополаскивая чашку 20 см$^3$ воды. Затем приливают 10 см$^3$ ортофосфорной кислоты, 15 см$^3$ раствора азотнокислого серебра и 20 см$^3$ раствора надсернокислого аммония. Смесь слабо кипятят в течение 15—20 мин для полного разрушения избытка надсернокислого аммония (до прекращения выделения мелких пузырьков кислорода).

Окрашенный в фиолетовый цвет раствор быстро охлаждают и титруют марганцовую кислоту 0,0025 моль/дм$^3$ раствором тиосульфата натрия до исчезновения розовой окраски.

2.3.2. *При потенциометрическом титровании раствором соли Мора*

Навеску бронзы в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$ или платиновую чашку. Растворение навески и окисление марганца проводят так же, как указано в пп. 2.3.1.1 и 2.3.1.2. Горячий раствор, окрашенный в фиолетовый цвет, быстро титруют потенциометрически раствором соли Мора.

2.3.3. *При визуальном титровании раствором соли Мора с фенилантраниловой кислотой*

Растворение навески и окисление марганца проводят, как указано в пп. 2.3.1.1 и 2.3.1.2. Раствор после разложения избытка надсернокислого аммония быстро охлаждают, разбавляют водой до 120—150 дм$^3$ и титруют 0,025 моль/дм$^3$ раствором соли Мора до слабо-розового окрашивания, затем прибавляют 4—5 капель раствора фенилантраниловой кислоты и продолжают титровать до перехода окраски из малиновой в светло-желтую.

**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 тиосульфата натрия (или соли Мора), израсходованный на титрование, см$^3$;

$T$ — титр раствора тиосульфата натрия (или соли Мора) по марганцу, г/см$^3$;

$m$ — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ($d$ — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля марганца, % | $d$, % | $D$, % | Массовая доля марганца, % | $d$, % | $D$, % |
|---|---|---|---|---|---|
| От 0,01 до 0,03 | 0,003 | 0,007 | От 1,2 до 2,5 | 0,06 | 0,1 |
| Св. 0,03 » 0,10 | 0,006 | 0,01 | Св. 2,5 » 6,0 | 0,1 | 0,2 |
| » 0,10 » 0,25 | 0,01 | 0,02 | » 8,0 » 12,0 | 0,2 | 0,5 |
| » 0,25 » 0,50 | 0,02 | 0,05 | » 12,0 » 16,0 | 0,3 | 0,7 |
| » 0,50 » 1,2 | 0,04 | 0,1 | | | |

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.4.3. Абсолютные 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 табл. 2.

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных титриметрическим или атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

## 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ ПЕРИОДАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного в кислой среде периодатом калия и измерении фиолетовой окраски образовавшегося перманганат-иона.

### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота борная по ГОСТ 9656, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 60 г борной кислоты растворяют в 1 $дм^3$ горячей воды и после растворения охлаждают до комнатной температуры.

Смесь кислот; готовят следующим образом: 100 $см^3$ фтористоводородной кислоты добавляют к 900 $см^3$ насыщенного раствора борной кислоты и хорошо перемешивают (раствор хранят в полиэтиленовой посуде).

Вода дистиллированная, не содержащая восстанавливающих веществ; готовят следующим образом: к 1 $дм^3$ воды добавляют 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор нагревают до 80 °С, добавляют несколько кристаллов йоднокислого калия и кипятят 5—10 мин, после чего охлаждают.

Йоднокислый калий (периодат калия).

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

Медь марки М1, М0 или М00 по ГОСТ 859.

Марганец марки Мр00 по ГОСТ 6008.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 0,1 г марганца растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и хорошо перемешивают.

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

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для бронз с массовой долей олова свыше 0,05 % и массовой долей кремния свыше 0,01 %*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, добавляют 15 $см^3$ смеси кислот, 15 $см^3$ воды, 15 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 5 $см^3$ ортофосфорной кислоты. Вначале растворяют без нагревания, а затем нагревают до температуры 80—90 °С, до полного растворения и удаления окислов азота. При массовой доле марганца от 0,01% до 0,2% для анализа используют весь раствор, а при массовой доле марганца свыше 0,2% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки водой. Аликвотную часть раствора (см. табл. 2а) помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, добавляют указанные объемы азотной и ортофосфорной кислот (см. табл. 2а) и удаляют окислы азота кипячением. Раствор доливают водой до объема 50 $см^3$, добавляют 0,3 г ионокислого калия, нагревают до кипения и кипятят 5 мин. Затем раствор продолжают нагревать 15—20 мин на водяной бане при 80—90 °С, после чего охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны 540 нм или на спектрофотометре при длине волны 528 нм в кювете длиной 1 см.

Таблица 2а

| Массовая доля марганца, % | Объем аликвотной части раствора, см³ | Объем добавляемой кислоты, см³ | |
|---|---|---|---|
| | | азотной | ортофосфорной |
| От 0,01 до 0,2 | Весь | — | — |
| Св. 0,2 » 2,0 | 10 | 13 | 4,5 |
| » 2,0 » 3,0 | 5 | 15 | 5 |

В качестве раствора сравнения используют часть раствора той же пробы, в которой семивалентный марганец восстанавливают до двухвалентного добавлением по каплям раствора азотистокислого натрия до обесцвечивания.

3.3.2. *Для бронз с массовой долей олова менее 0,05 % и кремния менее 0,01 %*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 30 см³ воды, 15 см³ концентрированной азотной кислоты и 5 см³ ортофосфорной кислоты. Далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

**3.3.3. Построение градуировочных графиков**

3.3.3.1. Построение градуировочного графика для бронз с массовой долей олова свыше 0,05% и кремния свыше 0,01%.

В девять стаканов вместимостью по 250 см³ помещают по 0,5 г меди, добавляют по 15 см³ смеси кислот, по 15 см³ воды, по 15 см³ концентрированной азотной кислоты, по 5 см³ ортофосфорной кислоты и растворяют без нагревания, а затем при нагревании и удаляют окислы азота кипячением. В восемь стаканов вводят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора марганца, добавляют по 0,3 г йоднокислого калия и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1. По полученным данным оптической плотности строят градуировочный график.

3.3.3.2. Построение градуировочного графика для бронз с массовой долей олова менее 0,05% и кремния менее 0,01%.

В девять стаканов вместимостью по 250 см³ помещают по 0,5 г меди, добавляют по 30 см³ воды, по 15 см³ концентрированной азотной кислоты, по 5 см³ ортофосфорной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.3.3.1.

3.3—3.3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**3.4. Обработка результатов**

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

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

где $m$ — масса марганца, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$ — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ($d$ — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4.3. Абсолютные 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, приведенных в табл. 2.

3.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов анализа, полученных титриметрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

## 4. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

**4.1. Сущность метода**

Метод основан на потенциометрическом титровании марганца (II) в кислой среде в присутствии фторид-ионов раствором марганцовокислого калия.

**4.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Потенциометр с платиновым и каломельным электродами.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Смесь кислот; готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 10873, раствор 100 г/дм$^3$.

Натрий фтористый.

Марганец по ГОСТ 6008 с массовой долей марганца не менее 99,9%.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 1 г марганца растворяют в 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до удаления окислов азота.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора содержит 0,001 г марганца.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,02 моль/дм$^3$, готовят из фиксанала или 3,27 г марганцовокислого калия растворяют в 1000 см$^3$ воды; раствор оставляют стоять от 10 до 15 дней, затем фильтруют через асбестовый фильтр в бутыль из темного стекла.

*Установка титра раствора марганцовокислого калия.*

50 см$^3$ стандартного раствора марганца помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$, добавляют 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор упаривают до выделения густого белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь упаривают до выделения густого белого дыма серной кислоты. Остаток растворяют в 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1:9, добавляют 10 см$^3$ раствора сернокислого аммония и доливают водой до объема около 100 см$^3$. К охлажденному раствору добавляют 5—7 г фтористого натрия и потенциометрически титруют раствором марганцовокислого калия до скачка потенциала. Титр раствора марганцовокислого калия ($T$), выраженный в граммах марганца на 1 см$^3$, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где $m$ — масса марганца, взятая на титрование, г;

$V$ — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см$^3$.

**4.3. Проведение анализа**

4.3.1. *Для бронз с массовой долей кремния до 0,1 %*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$ и растворяют в 10—20 см$^3$ смеси кислот при нагревании. После растворения добавляют 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до появления белого дыма серной кислоты.

Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Осадок растворяют в 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1:9, добавляют 10 см$^3$ раствора сернокислого аммония и доливают водой до объема около 100 см$^3$. К охлажденному раствору добавляют 5—7 г фтористого натрия и потенциометрически титруют раствором марганцовокислого калия до скачка потенциала.

4.3.2. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,1 %*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см$^3$ фтористоводородной кислоты при нагревании. После растворения добавляют 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток растворяют в 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1:9, добавляют 10 см$^3$ раствора сернокислого аммония и раствор переносят в стакан вместимостью 250 см$^3$, доливают водой до объема около 100 см$^3$ и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

**4.4. Обработка результатов**

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

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

где $V$ — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см$^3$;

$T$ — титр раствора марганцовокислого калия по марганцу, г/см$^3$;

$m$ — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ($d$ — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.4.3. Абсолютные 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, приведенных в табл. 2.

4.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.3, 4.4.4. **(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 и разбавленная 1:1 и растворы 2 моль/дм$^3$ и 1 моль/дм$^3$.

Смесь кислот; готовят следующим образом: один объем концентрированной азотной кислоты смешивают с тремя объемами концентрированной соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Марганец по ГОСТ 6008 с массовой долей марганца не менее 99,9%.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г марганца растворяют при нагревании в 20 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ и доливают водой до метки.

1 см$^3$ раствора А содержит 0,0005 г марганца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см$^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, добавляют 10 см$^3$ 2 моль/дм$^3$ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

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

**5.3. Проведение анализа**

5.3.1. *Для бронз с массовой долей олова менее 0,05 % и кремния менее 0,01 %.*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 4, помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$ и растворяют в 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,15% переносят 10 см$^3$ этого раствора в соответствующую мерную колбу (см. табл. 4), добавляют указанный в табл. 4 объем 2 моль/дм$^3$ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в пламени ацетилен—воздух при длине волны 279,5 или 280,1 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. *Для бронз с массовой долей олова свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 4, помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$ и растворяют при нагревании в 10 см$^3$ смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, ополаскивают стенки стакана раствором 1 моль/дм$^3$ соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой. При массовой доле марганца свыше 0,15% переносят 10 см$^3$

этого раствора в соответствующую мерную колбу (см. табл. 4) и доливают до метки 1 моль/дм$^3$ раствором соляной кислоты.

Таблица 4

| Массовая доля марганца, % | Масса навески, г | Объем аликвотной части раствора, см$^3$ | Объем 2 моль/дм$^3$ раствора соляной кислоты, см$^3$ | Объем раствора после разбавления, см$^3$ |
|---|---|---|---|---|
| От 0,01 до 0,15 | 1 | Весь | — | 100 |
| Св. 0,15 » 1,5 | 1 | 10 | 10 | 100 |
| » 1,5 » 6,0 | 0,5 | 10 | 25 | 250 |

Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,01 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 4, помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см$^3$ фтористоводородной кислоты.

После растворения добавляют 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают и растворяют в воде при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,15% переносят 10 см$^3$ раствора в соответствующую мерную колбу (см. табл. 4), добавляют указанный в табл. 4 объем 2 моль/дм$^3$ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 5.3.1.

5.3.4. *Построение градуировочного графика*

В одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью по 100 см$^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см$^3$ стандартного раствора Б и 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 см$^3$ стандартного раствора А марганца. Во все колбы добавляют по 10 см$^3$ 2 моль/дм$^3$ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

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 ($X_3$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

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

$V$ — объем конечного раствора пробы, см$^3$;

$m$ — масса навески, содержащаяся в конечном объеме раствора пробы, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ($d$ — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5.4.3. Абсолютные 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, приведенных в табл. 2.

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим или титриметрическим методами в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.3, 5.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614**

**3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.4—69**

**4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1533—79**

**5. 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 | 3.4.4.1 | ГОСТ 4461—77 | 2.2, 3.2, 4.2, 5.2 |
| ГОСТ 84—76 | 2.2 | ГОСТ 6008—90 | 2.2, 3.2, 4.2, 5.2 |
| ГОСТ 493—79 | Вводная часть | ГОСТ 6552—80 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 614—97 | Вводная часть | ГОСТ 9656—75 | 3.2 |
| ГОСТ 859—2001 | 3.2 | ГОСТ 10484—78 | 2.2, 3.2, 4.2, 5.2 |
| ГОСТ 1277—75 | 2.2 | ГОСТ 10873—73 | 2.2, 4.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2, 4.2, 5.2 | ГОСТ 18175—78 | Вводная часть |
| ГОСТ 4197—74 | 3.2 | ГОСТ 20478—78 | 2.2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.2, 3.2, 4.2, 5.2 | ГОСТ 20490—75 | 2.2 |
| ГОСТ 4208—72 | 2.2 | ГОСТ 25086—87 | 1.1, 2.4.4, 3.4.4, 4.4.4, 5.4.4 |
| ГОСТ 4217—77 | 2.2 | | |

**6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

**7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)**



gost.e-ecolog.ru