УДК 669.15'27—198:546.711.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОВОЛЬФРАМ

Метод определения марганца

Ferrotungsten.
Method for the determination of manganese

ГОСТ 14638.5—81 (СТ СЭВ 2203—80)

Взамен ГОСТ 14638.5—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3027 срок действия установлен

с 01.01.1983 г.
до 01.01.1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения массовой доли марганца в диапазоне от 0,05 до 0,7% в ферровольфраме.

Метод основан на образовании марганцовой кислоты в результате окисления двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием в серно-фосфорнокислой среде и измерении оптической плотности окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 525 нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром в области светопропускания от 500 до 550 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2203—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и растворы 1:1, 1:200.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Калий йоднокислый 2%-ный раствор: 20 г йоднокислого калия растворяют при нагревании в 1 $дм^3$ горячей серной кислоты (1:200). Горячий раствор фильтруют. При хранении часть йоднокислого калия выпадает в осадок, поэтому перед употреблением раствор нагревают до растворения кристаллов и пользуются раствором, нагретым до температуры 50—60°С.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 3%-ный раствор.

Перекись водорода по ГОСТ 177—77, разбавленная 1:9.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490—75.

Вода, свободная от органических примесей. В колбу вместимостью 2 $дм^3$ наливают 1 $дм^3$ дистиллированной воды, добавляют 10 $см^3$ серной кислоты (1:1), 1—2 кристалла марганцевокислого калия и кипятят в течение 5—10 мин.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: 0,5754 г марганцевокислого калия помещают в стакан вместимостью 600 $см^3$ и растворяют в 400—450 $см^3$ воды. К раствору приливают 10 $см^3$ серной кислоты (1:1) и восстанавливают семивалентный марганец раствором перекиси водорода, приливая последний по каплям до обесцвечивания раствора. Раствор кипятят 8—10 мин, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация марганца в растворе А равна 0,0002 г/$см^3$.

Раствор Б: 50 $см^3$ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация марганца в растворе Б равна 0,00005 г/$см^3$.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферровольфрама массой 0,1 г помещают в платиновую чашку, приливают 2—3 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты, 5 $см^3$ азотной кислоты и растворяют при нагревании. После растворения навески приливают по 10 $см^3$ серной и ортофосфорной кислот и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин. Содержимое чашки охлаждают, приливают 20 $см^3$ воды, нагревают до растворения солей и переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$. Раствор разбавляют водой до объема 100 $см^3$, нагревают до кипения, осторожно приливают 40 $см^3$ горячего раствора йоднокислого калия и выдерживают 25—30 мин при температуре, близкой к температуре кипения. Раствор охлаждают, затем переливают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доливают до

метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре. В качестве раствора сравнения применяют часть испытуемого раствора. Для этого в коническую колбу вместимостью 200 см³ помещают 80—100 см³ анализируемого раствора и при перемешивании марганцевую кислоту восстанавливают 1—2 каплями раствора азотистокислого натрия.

Содержание марганца (с учетом контрольного опыта) находят по градуировочному графику или методом сравнения по стандартным образцам, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

3.2. Построение градуировочного графика

В восемь из девяти конических колб вместимостью по 250 см³ последовательно помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006 и 0,0007 г марганца.

В каждую колбу приливают по 100 см³ воды, 10 см³ серной кислоты и 5 см³ ортофосфорной кислоты, нагревают до кипения, приливают 40 см³ раствора йоднокислого калия. Далее анализ проводят как указано в п. 3.1. Раствор девятой колбы, в которую помещены все применяемые для построения градуировочного графика реактивы, служит контрольным опытом на загрязнение реактивов марганцем и раствором сравнения.

По найденным значениям оптической плотности строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю марганца (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески пробы, г.

4.2. Массовую долю марганца (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля марганца в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность раствора анализируемой пробы;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов.

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

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,1	0,015
Св. 0,1 » 0,25	0,02
» 0,25 » 0,5	0,025
» 0,5 » 0,7	0,035

Изменение № 1 ГОСТ 14638.5—81 Ферровольфрам. Метод определения марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.87 № 158

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Раздел 2. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3», «3 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 30 г/дм^3».

Пункт 4.3 (кроме таблицы) изложить в новой редакции: «4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

(ИУС № 5 1987 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 14638.1—81 Ферровольфрам. Методы определения вольфрама . . 1
ГОСТ 14638.2—81 Ферровольфрам. Методы определения серы . . . 11
ГОСТ 14638.3—81 Ферровольфрам. Метод определения фосфора 19
ГОСТ 14638.4—81 Ферровольфрам. Метод определения кремния 25
ГОСТ 14638.5—81 Ферровольфрам. Метод определения марганца . . . 29
ГОСТ 14638.7—81 Ферровольфрам. Методы определения углерода . . . 33

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *М. Н. Гринвальд*

Сдано в наб. 30.06.81 Подп. к печ. 16.09.81 2,5 п. л. 2,43 уч.-изд. л. Тир. 16000 Цена 10 коп.

«Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
кская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1832

gost.e-ecolog.ru