УДК 669.15'292—198:546.711.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОВАНАДИЙ

Методы определения марганца

Ferrovanadium.
Methods for determination of manganese

ГОСТ 13217.6—90

(СТ СЭВ 1212—89)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения марганца в феррованадии при массовой доле его от 0,1 до 7%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27349.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности раствора марганцевой кислоты, образующейся в результате окисления марганца йоднокислым калием в сернофосфорнокислой среде.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 1 : 1, 1 : 4 и 1 : 20.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Калий йоднокислый и раствор 20 г/дм^3, свежеприготовленный: 20 г йоднокислого калия вносят в 1 дм^3 горячего раствора серной кислоты 1 : 20 и кипятят до полного растворения, накрыв колбу часовым стеклом. Затем раствор фильтруют. Раствор используют в горячем виде.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 30 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 177, раствор 1 : 100.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 или марганец металлический.

Стандартные растворы марганца

Раствор А: 2,8770 г перманганата калия помещают в стакан вместимостью 600—800 см³ и растворяют в 450—500 см³ воды. К раствору приливают 10 см³ раствора серной кислоты 1 : 1 и добавляют по каплям раствор перекиси водорода до обесцвечивания. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в темном месте.

Или 1,0000 г металлического марганца, поверхность которого предварительно очищена от оксидных пленок, растворяют при нагревании в 10 см³ раствора азотной кислоты, кипятят до удаления оксидов азота, охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация марганца в растворе А равна 0,001 г/см³.

Раствор Б: 10,0 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация марганца в растворе Б равна 0,0001 г/см³.

Вода, свободная от восстановителей: в колбу вместимостью 2 дм³ наливают 1 дм³ дистиллированной воды, приливают по каплям раствор серной кислоты 1 : 1 до pH 3 (по универсальной индикаторной бумаге) и нагревают содержимое колбы до кипения. Колбу с водой снимают с плиты, прибавляют несколько кристаллов йоднокислого калия, кипятят 5—7 мин и охлаждают. Воду, свободную от восстановителей, применяют для проведения анализа и приготовления реактивов.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают во фторопластовый стакан или чашку из платины или стеклоуглерода, приливают 15 см³ раствора азотной кислоты и растворяют без нагревания. Затем прибавляют 3—5 см³ фтористоводородной кислоты, 15 см³ раствора серной кислоты 1 : 1 и выпаривают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения приливают 20—30 см³ воды, растворяют соли при нагревании и переносят раствор в коническую колбу вместимостью 250 см³.

При массовой доле марганца до 2% раствор доливают водой до объема 100 см³, приливают 5 см³ ортофосфорной кислоты и 10 см³ раствора йоднокислого калия.

При массовой доле марганца свыше 2% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают. В коническую колбу вместимостью 250 см³ отби-

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Аликвотная часть раствора, см³	Объем раствора серной кислоты 1 : 1, см³	Масса марганца в фотометрируемом растворе, мг	Объем стандартного раствора Б, см³
От 0,1 до 2 включ.	Весь раствор	—	0,1—2	1—20
Св. 2 » 4 »	100	5	1—2	10—20
» 4 » 7 »	50	10	1—1,75	10—20

рают аликвотную часть раствора, согласно табл. 1, доливают водой до объема 100 см³ (в случае аликвотной части, равной 50 см³), приливают 5 см³ ортофосфорной кислоты, раствор серной кислоты 1 : 1, согласно табл. 1, и 10 см³ раствора йоднокислого калия.

2.3.2. Нагревают раствор до кипения и выдерживают при температуре, близкой к кипению, в течение 15—20 мин. Раствор охлаждают при комнатной температуре, затем переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют не ранее чем через 1 ч на спектрофотометре при длине волны 525 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 500 до 550 нм.

Раствором сравнения служит часть испытуемого раствора, в котором марганцевая кислота разрушена добавлением 1—2 капель раствора нитрита натрия.

Массу марганца находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

2.3.3. Для построения градуировочного графика в конические колбы вместимостью 250 см³ помещают стандартный раствор Б, согласно табл. 1.

Во все колбы приливают по 100 см³ воды, по 10 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, по 5 см³ ортофосфорной кислоты, по 10 см³ раствора йоднокислого калия и далее поступают, как указано в п. 2.3.2.

Раствор в колбе, содержащий все реактивы, необходимые для проведения анализа, за исключением стандартного раствора, служит раствором сравнения.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массам марганца строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

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

m — масса навески пробы или масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли марганца приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	Результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,1 до 0,2 включ.	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01
Св 0,2 » 0,5 »	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
» 2,0 » 5 »	0,08	0,09	0,08	0,09	0,05
» 5 » 7 »	0,11	0,13	0,11	0,13	0,07

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции марганца в пламени воздух-ацетилен при длине волны 279,5 нм с предварительным растворением пробы в серной кислоте.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Водорода перекись по ГОСТ 177, раствор 1 : 100.

Железо металлическое.

Раствор железа 10 г/дм^3: 10 г железа растворяют при нагревании в 40 см^3 соляной кислоты, приливают 5 см^3 азотной кислоты, раствор кипятят до удаления оксидов азота. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Ванадия (V) оксид.

Раствор ванадия 10 г/дм^3: 17,9 г оксида ванадия растворяют при нагревании в 100 см^3 соляной кислоты, приливают 5 см^3 азотной кислоты, раствор кипятят до удаления оксидов азота. Охлаж-

денный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 или марганец металлический.

Стандартные растворы марганца по п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы, отобранную в соответствии с табл. 3, помещают в платиновую чашку или фторопластовый стакан вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 раствора серной кислоты 1 : 4, затем 2 см^3 фтористоводородной кислоты, нагревают до растворения, приливают азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и еще в избыток 2 см^3. Раствор выпаривают до выделения паров серной кислоты и охлаждают. Соли растворяют в 20 см^3 воды при нагревании и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля марганца, %	Масса навески пробы, г	Атомизируемая масса марганца, мг	Стандартный раствор	Объем стандартного раствора, см^3
От 0,1 до 1,0 включ.	0,2	0,2—2	Б	1—20
Св. 1,0 » 2,0 »	0,1	1—2	Б	10—20
» 2,0 » 7,0 »	0,1	2—7	А	2—7

Атомную абсорбцию марганца измеряют последовательно в растворе контрольного опыта, растворе пробы, растворах для построения градуировочного графика, растворе стандартного образца при длине волны 279,5 нм в пламени воздух-ацетилен.

3.3.2. После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора пробы находят массовую долю марганца в пробе методом сравнения со стандартным образцом с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего стандарта, или методом градуировочного графика.

3.3.2.1. При применении метода сравнения со стандартным образцом навеску стандартного образца проводят через все стадии анализа по п. 3.3.1.

3.3.2.2. При применении метода градуировочного графика в ряд стаканов помещают растворы ванадия и железа в количествах, соответствующих их содержаниям в пробе, стандартный раствор марганца, согласно табл. 3. В один стакан стандартный раствор не добавляют. Во все стаканы помещают по 20 см^3 раствора серной кислоты 1 : 4 и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор марганца, из значений абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующим им массам марганца.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю марганца (X_1) в процентах, определяемую методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{\hat{A}(D-D_1)}{D_2-D_1}, \qquad (2)$$

где $\hat{A}$ — аттестованное значение массовой доли марганца в стандартном образце, %;

D — значение атомной абсорбции раствора пробы;

D_1 — значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта;

D_2 — значение атомной абсорбции раствора стандартного образца.

3.4.2. Массовую долю марганца (X_2) в процентах, определяемую методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где m_2 — масса марганца, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г.

3.4.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли марганца приведены в табл. 2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, Л. М. Клейнер, Г. И. Гусева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 04.05.90 № 1096

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13217.6—79**

4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1212—89**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 177—88	2.2, 3.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 4197—74	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 6552—80	2.2
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2
ГОСТ 20490—75	2.2, 3.2
ГОСТ 26201—84	1.2
ГОСТ 27349—87	1.1

gost.e-ecolog.ru