

ГОСТ 14021.6—78

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ФЕРРОБОР

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Издание официальное

Б3 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**ФЕРРОБОР****Методы определения марганца****ГОСТ
14021.6—78**

Ferroboron.
Methods for the determination
of manganese

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический персульфатно-серебряный и периодатный методы определения марганца (при массовой доле марганца от 0,1 до 1,0 %) в ферроборе, предназначенном для легирования сталей и сплавов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Лабораторная пробы должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ПЕРСУЛЬФАТНО-СЕРЕБРЯНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА**2.1. Сущность метода**

Метод основан на окислении двухвалентного марганца в сернокислом растворе до семивалентного надсернокислого аммония в присутствии катализатора — азотнокислого серебра.

Полученную марганцовую кислоту оттитровывают раствором мышьяковисто-азотистокислого натрия.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:2 и 5:1000.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, раствор с массовой долей 36 или 57 %.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478, раствор с массовой долей 20 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Калий йоднокислый, раствор с массовой долей 5 %; готовят следующим образом: 50 г йодноватокислого калия прибавляют к 1000 см³ горячей серной кислоты, разбавленной 5:1000, и нагревают до растворения навески.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 0,25 % и раствор с массовой долей 15 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4197, раствор с массовой долей 3 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201.

С. 2 ГОСТ 14021.6—78

Натрий мышьяковистокислый, содержащий азотистокислый натрий, титрованный раствор; готовят следующим образом: 1,5 г мышьяковистого ангидрида помещают в стакан вместимостью 400—500 см³, растворяют в 25 см³ горячего раствора гидроокиси натрия, разбавляют до 120 см³ водой, охлаждают, нейтрализуют разбавленной 1:2 серной кислотой и добавляют избыток ее 1—2 см³. Избыток серной кислоты нейтрализуют двууглекислым натрием по универсальному индикатору.

К полученному раствору прибавляют 0,85 г азотистокислого натрия и перемешивают до растворения солей. Содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки, перемешивают и устанавливают массовую концентрацию раствора по стандартному раствору марганца или по стандартному образцу стали, близкому по массовой доле марганца к анализируемому ферробору.

Марганец металлический особой чистоты, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,1 г металлического марганца растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, осторожно прибавляют 10 см³ серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Затем раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты. После чего раствор переносят в колбу вместимостью 1000 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ полученного раствора содержит 0,0001 г марганца.

Определение массовой концентрации раствора натрия мышьяковистокислого по стандартному раствору марганца.

50 мл стандартного раствора марганца помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 1 см³ фосфорной кислоты, разбавляют водой до 100 см³ и нагревают до кипения. Затем приливают 10 см³ раствора азотнокислого серебра, 10 см³ раствора надсернокислого аммония и снова нагревают до кипения, после чего снимают с плиты, выдерживают до прекращения выделения пузырьков кислорода, охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и немедленно титруют раствором мышьяковистокислого натрия. Массовую концентрацию раствора мышьяковистокислого натрия (C_1), выраженную в г/см³ марганца, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1 \cdot 50}{v},$$

где C_1 — массовая концентрация стандартного раствора марганца, 0,0001 г/см³;

v — количество мышьяковистокислого натрия, израсходованное на титрование 50 см³ стандартного раствора марганца, см³.

При установке массовой концентрации раствора мышьяковистокислого натрия по стандартному образцу ферробора или стали, близкому по массовой доле марганца к анализируемой пробе, проведенному через все стадии анализа, как указано в п. 2.3, массовую концентрацию раствора (C_2) в г/см³ вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{mm_1}{V \cdot 100},$$

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

m_1 — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора мышьяковистокислого натрия, израсходованный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

Навеску ферробора массой 0,5 г (при массовой доле марганца от 0,1 до 0,5 %) или 0,2 г (при массовой доле марганца св. 0,5 до 1,0 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и осторожно приливают до 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После прекращения бурного выделения окислов азота содержимое колбы умеренно нагревают до растворения навески.

Раствор охлаждают, осторожно приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления паров серной кислоты. Выпавшие соли растворяют при нагревании в 80—100 см³ воды и приливают 1—2 см³ ортофосфорной кислоты.

Затем раствор нагревают до кипения, приливают 10 см³ раствора азотнокислого серебра, 20 см³ раствора надсернокислого аммония, нагревают до кипения, снимают с плиты и выдерживают до прекращения выделения пузырьков кислорода. После чего колбу с раствором охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и немедленно титруют раствором мышьяковистокислого натрия.

Раствор мышьяковистокислого натрия приливают со скоростью 5—6 см³/мин до перехода окраски титруемого раствора в слаборозовую; последующие порции раствора мышьяковистокислого натрия прибавляют по каплям до полного исчезновения розовой окраски.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{CV100}{m},$$

где C — массовая концентрация раствора мышьяковистокислого натрия, выраженная в г/см³ марганца;

V — объем раствора мышьяковистокислого натрия, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ ПЕРИОДАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца в сернофосфорной среде до семивалентного периодатом калия с последующим измерением оптической плотности на фотоэлектроколориметре при длине волны 500—550 нм или спектрофотометре при длине волны 525 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Реактивы и растворы по п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферробора массой 0,5 г помещают в платиновую чашку № 6, смачивают водой, добавляют 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают в течение 3—5 мин, затем добавляют 10—15 см³ фтористоводородной кислоты, после растворения основной массы навески, прибавляют 10 см³ хлорной кислоты и выпаривают до густых паров хлорной кислоты. При наличии в ферроборе карбидных соединений в дымящий раствор приливают по каплям раствор перекиси водорода и выпаривают до удаления хлорной кислоты. Стенки чашки обмывают водой и снова упаривают досуха. В охлажденную чашку приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до паров серной кислоты. Выпавшие соли растворяются при нагревании в 50—60 см³ воды. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Аликвотную часть 20—50 см³ помешают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, 5 см³ ортофосфорной кислоты и нагревают до кипения, приливают 10 см³ раствора йоднокислого калия с массовой долей 5 %, нагревают до кипения и после появления окраски перманганат-иона выдерживают при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 30 мин. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны 500—550 нм или спектрофотометре при длине волны 525 нм. В качестве раствора сравнения служит часть анализируемого раствора, в котором марганцевая кислота разрушена одной-двумя каплями раствора азотистокислого натрия. Массу марганца по градуировочному графику находят по разности оптических плотностей раствора пробы и раствора контрольного опыта.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 250 см³ соответственно приливают 1, 3, 5, 7, 9 и 11 см³ стандартного раствора сернокислого марганца. К раствору каждой колбы приливают 5 см³ воды, 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, 5 см³ ортофосфорной кислоты, нагревают до кипения, приливают 5 см³ раствора йоднокислого калия и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

С. 4 ГОСТ 14021.6—78

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли марганца приведены в таблице.

Массовая доля марганца	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,10 до 0,2 включ.	0,015	0,019	0,016	0,020	0,010
Св. 0,2 * 0,5 *	0,024	0,030	0,025	0,031	0,016
* 0,5 * 1,0 *	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

И.К. Майборода, В.В. Мирошниченко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.08.78 № 2330

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14021.6-68

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277-75	2.2	ГОСТ 4461-77	2.2
ГОСТ 3118-77	2.2	ГОСТ 6552-80	2.2
ГОСТ 4197-74	2.2	ГОСТ 10929-76	2.2
ГОСТ 4201-79	2.2	ГОСТ 20478-75	2.2
ГОСТ 4204-77	2.2	ГОСТ 25207-85	1.2
ГОСТ 4233-77	2.2	ГОСТ 28473-90	1.2
ГОСТ 4328-77	2.2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в мае 1989 г. (ИУС 8-89)

Редактор *В.П. Огурцов*
Технический редактор *В.И. Прусакова*
Корректор *О.В. Комш*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.04.99. Подписано в печать 21.04.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50.
Тираж 132 экз. С2649 Зак. 1013.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано и Издательство на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138