

**Изменение № 1 ГОСТ 22536.5—87 Сталь углеродистая и чугун нелегированный.
Методы определения марганца**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 09.10.89 № 3041

Дата введения 01.01.90

На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначения: (СТ СЭВ 486—88, ИСО 629—82).

Вводная часть. Заменить слова: «фотометрический (при массовой доле марганца 0,05—2,0 %)» на «фотометрический (при массовой доле марганца 0,005—3,0 %)»;

дополнить абзацем: «Стандарт соответствует СТ СЭВ 486—88 в части фотометрического метода и полностью ИСО 629—82».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции:

«4.1 Сущность метода

Метод основан на окислении марганца (II) до марганца (VII) йоднокислым калием или натрием и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 530—545 мм».

Пункт 4.2 дополнить абзацами (после девятого): «Кислота хлорная плотностью 1,54 г/см³ или 1,67 г/см³ и раствор (1:500).

Натрий йоднокислый по нормативно-технической документации, раствор: 50 г йоднокислого калия или натрия растворяют в 200 см³ азотной кислоты и 500 см³ воды, разбавляют водой до объема 100 см³ и перемешивают.

Стандартные растворы марганца дополнить раствором В: «Раствор В: 25 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор В готовят перед применением.

1 см³ раствора В содержит 0,000025 г марганца».

Пункт 4.3.1 дополнить абзацем (перед первым): «Определение марганца при массовой доле 0,05—2,0 % с йоднокислым калием».

Раздел 4.3 дополнить пунктами — 4.3.3—4.3.5: «4.3.3. Определение массовой доли марганца 0,005—3,0 % в присутствии хлорной кислоты.

Навеску пробы массой, установленной в зависимости от содержания марганца, согласно табл. 3а помещают в стакан вместимостью 250 см³.

Таблица 3а

Массовая доля марганца, %	Масса навески пробы, г
От 0,005 до 0,05 включ.	2
Св. 0,05 » 2,0 »	1
» 2,0 » 4,0 »	0,5

Пробу растворяют в 50 см³ смеси кислот при умеренном нагревании и после растворения добавляют по каплям 2 см³ азотной кислоты и выпаривают до небольшого объема, не допуская выделения сернокислых солей. Затем добавляют 20 см³ хлорной кислоты и осторожно выпаривают до появления паров хлорной кислоты, после чего выдерживают в этом состоянии в течение 10 мин.

Содержимое стакана охлаждают, разбавляют водой до объема 50—60 см³ и кипятят. При необходимости раствор фильтруют, а фильтр с осадком промывают горячим раствором хлорной кислоты (1:500) и отбрасывают. Раствор или фильтрат охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают (основной раствор).

В зависимости от массовой доли марганца в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают аликвотную часть основного раствора и добавляют смесь кислот и воды в количестве, указанном в табл. 3б.

(Продолжение см. с. 90)

Массовая доля марганца, %	Аликвотная часть основного раствора, см ³	Объем смеси кислот, см ³	Объем воды, см ³
От 0,005 до 0,5 включ.	40,0	6	10
Св. 0,5 до 1,0 »	20,0	15	20
» 1,0 » 4,0 »	10,0	20	25

Содержимое колбы кипятят, доливают 10 см³ раствора йоднокислого калия или натрия и продолжают капотить раствор в течение 2 мин после чего раствор оставляют на 10 мин при температуре 90 °С. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, предварительно промытую водой, не содержащей восстановителей, доливают этой же водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 535—545 нм. Раствором сравнения служит вода. Раствор в колбе обесцвечивают, добавляя несколько капель раствора азотистокислого натрия, затем, промыв кювету этим раствором, определяют его оптическую плотность в этой же кювете. Значение оптической плотности обесцвеченного раствора вычитают из значения оптической плотности раствора пробы.

Одновременно с анализом пробы проводят контрольный опыт. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из оптической плотности раствора пробы.

Массу марганца определяют по градуировочному графику.

4.3.4. Для построения градуировочного графика при массовой доле марганца от 0,005 до 0,05 % в семь стаканов вместимостью 250 см³ помещают по 2,00 г железа, добавляют по 50 см³ смеси кислот и осторожно нагревают до растворения железа. Затем растворы окисляют, прибавляя по каплям 2 см³ азотной кислоты, добавляют по 20 см³ хлорной кислоты, выпаривают раствор до появления паров хлорной кислоты, после чего выдерживают в этом состоянии в течение 10 мин.

Затем растворы охлаждают, разбавляют водой до объема 50—60 см³ и кипятят.

В случае необходимости растворы фильтруют, фильтр с осадком промывают горячим раствором хлорной кислоты (1:500). Растворы или фильтрат охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

В семь стаканов вместимостью 250 см³ помещают по 40 см³ полученного раствора железа, отобранного из семи мерных колб, и добавляют 0; 1,0; 2,0 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует: 0; 0,025; 0,050; 0,125; 0,250; 0,375 и 0,500 мг марганца, растворы разбавляют водой до 60 см³, затем добавляют по 5 см³ смеси кислот, растворы кипятят, добавляют до 10 см³ раствора йоднокислого калия или натрия и кипятят в течение 2 мин. Растворы оставляют стоять при температуре 90 °С в течение 10 мин, затем охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, предварительно промытые водой, не содержащей восстановителей, доливают этой же водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на спектрофотометре при длине волны 535—545 нм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора марганца. По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям марганца строят градуировочный график.

4.3.5. Для построения градуировочного графика при массовой доле марганца свыше 0,05 % в стакан вместимостью 250 см³ помещают 1,00 г железа и далее поступают, как при приготовлении растворов железа по п. 4.3.4.

(Продолжение см. с. 91)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22536.5—87)

Затем в шесть стаканов вместимостью 250 см³ отбирают по 10 см³ раствора железа и отмеряют: 0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 мг марганца, растворы разбавляют водой до объема 35 см³ и прибавляют по 20 см³ смеси кислот. Растворы кипятят, добавляют по 10 см³ раствора подкисленного калия или натрия и далее поступают, как указано в п. 4.3.4.

Пункт 4.4.2 дополнить словами: «и табл. 3в»; дополнить таблицей — 3в

(Продолжение см. с. 92)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22536.5—87)

Т а б л и ц а 3в

Массовая доля марганца, %	Погрешность результатов анализа Δ , %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_k	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения δ
От 0,005 до 0,01 включ.	0,0024	0,0030	0,0025	0,0030	0,0016
Св. 0,01 » 0,02 »	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
» 0,02 » 0,05 »	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003

(ИУС № 1 1990 г.)