

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ**  
**ЭКЗЕМПЛЯР**

ГОСТ 12348—78  
(ИСО 629—82)

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

---

# **СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

## **МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2011

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

**Методы определения марганца**

Alloyed and high-alloyed steels.  
Methods of manganese determination

**ГОСТ  
12348—78  
(ИСО 629—82)**

**Взамен  
ГОСТ 12348—66,  
кроме общих указаний**

МКС 77.080.20  
ОКСТУ 0809

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 ноября 1978 г. № 3981 дата установления установлена**

**с 01.01.80**

**Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—23 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения марганца:  
Фотометрический при массовой доле марганца от 0,005 до 10,0 %;  
Титриметрический (арсенитно-нитритный) при массовой доле марганца от 0,30 до 10,0 %;  
Потенциометрический при массовой доле марганца от 4,0 до 40,0 %;  
Атомно-абсорбционный при массовой доле марганца от 0,01 до 5,0 %.  
Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 486—88, ИСО 629—82.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81\*.

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА (0,005—10,0 %)

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении ионов марганца (II) при концентрации его в растворе в пределах 0,001—0,012 мг/мл в сернокислой среде (1,0—3,5 н.) йоднокислым калием до марганцевой кислоты и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волн 535—545 нм.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

### 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84 и разбавленная 1:1, 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или по ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1:4.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь серной и ортофосфорной кислот: к 750 см<sup>3</sup> воды осторожно при непрерывном перемешивании приливают 150 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, приливают 100 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, перемешивают и охлаждают.

\* С 1 июля 1991 г. заменен на ГОСТ 28473—90.



## С. 2 ГОСТ 12348—78

Калий или натрий йоднокислый, 5 %-ный раствор: 50 г йоднокислого калия растворяют в 800 см<sup>3</sup> азотной кислоты 1:1, раствор охлаждают, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Железо карбонильное особо чистое.

Марганец сернокислый, стандартные растворы А и Б.

Раствор А. 0,5754 г марганцовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного на воздухе, помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, прибавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты 1:4 и осторожно, по каплям, при перемешивании, приливают перекись водорода или соляную кислоту до обесцвечивания раствора. Раствор выпаривают до начала кристаллизации. Остаток растворяют в 20—30 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора А содержит 0,0002 г марганца.

Раствор Б. 100 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б содержит 0,0001 г марганца.

Раствор В. 50 см<sup>3</sup> раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора В содержит 0,02 мг марганца.

Раствор В готовят перед применением.

Вода, не содержащая восстановителей. В колбу вместимостью 1,5—2 дм<sup>3</sup> наливают 1 дм<sup>3</sup> воды, приливают по каплям серную кислоту до pH 3 по универсальной индикаторной бумаге, нагревают до кипения, прибавляют несколько кристаллов йоднокислого калия, кипятят 5—7 мин и охлаждают. Вода, не содержащая восстановителей, применяется для разбавления окисленных растворов, подготовленных для фотометрирования.

### 2.3. Проведение анализа

Навеску стали в зависимости от массовой доли марганца (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> смеси серной и ортофосфорной кислот, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают 5—10 мин. Затем осторожно приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески.

Если карбиды не разложились, то, сняв и обмыв стекло, раствор выпаривают до паров серной кислоты, осторожно, по стенке стакана, прибавляют несколько капель азотной кислоты и снова выпаривают до паров серной кислоты.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Масса навески стали, г	Аликвотная часть/ см <sup>3</sup>
От 0,005 до 0,05	2	40
» 0,05 » 0,5	1	50
Св. 0,5 » 2	0,5	25
» 2 » 5	0,25	20
» 5 » 10	0,1	20

Нерастворимые в этих условиях стали можно растворять в соляной кислоте или в смеси соляной и азотной кислот. Затем к раствору приливают 30 см<sup>3</sup> смеси серной и ортофосфорной кислот, выпаривают его до паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают раствор до паров серной кислоты.

Содержимое стакана охлаждают, растворяют соли в 50—60 см<sup>3</sup> воды и отфильтровывают осадок кремниевой кислоты на фильтр «белая лента», собирая фильтрат и промывную жидкость в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, при массовой доле марганца свыше 0,05 % или в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> при массовой доле марганца от 0,005 до 0,05 %. Стакан и осадок на фильтре промывают 3—5 раз азотной кислотой 1:100. Фильтр с осадком отбрасывают. Содержимое колбы охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть (табл. 1) раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают воду приблизительно до 50 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> смеси серной и ортофосфорной кислот и 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия.

Содержимое колбы нагревают до кипения, кипятят 1 мин и оставляют на водяной бане при температуре приблизительно 90 °C в течение 40—50 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в

мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой, не содержащей восстановителей, до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 545 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн 530—550 нм, в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм.

Для приготовления раствора сравнения аликвотную часть раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают воду приблизительно до 70 см<sup>3</sup>, 2—3 капли соляной кислоты, нагревают до кипения, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Массу марганца в миллиграммах находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

### 2.2.; 2.3 (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

#### 2.3.1. Построение градуировочного графика

При массовой доле марганца выше 0,05 %.

2 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> смеси серной и ортофосфорной кислот и нагревают до растворения железа. Раствор окисляют, прибавляя по каплям азотную кислоту, кипятят до удаления окислов азота и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

По 10 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в восемь конических колб вместимостью 250 см<sup>3</sup>, в семь колб добавляют последовательно 1, 2, 4, 6, 8, 10 и 12 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б сернокислого марганца, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 мг марганца. В восьмой колбе проводят контрольный опыт на содержание марганца в реактивах.

Раствор в каждой колбе доливают водой приблизительно до 50 см<sup>3</sup>, прибавляют по 25 см<sup>3</sup> смеси серной и ортофосфорной кислот и по 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия. Содержимое колб нагревают до кипения, кипятят 1 мин и оставляют стоять при температуре приблизительно 90 °С в течение 40—50 мин.

При массовой доле марганца от 0,005 до 0,05 % в семь стаканов вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> помещают по 2 г карбонильного железа, приливают по 50 см<sup>3</sup> смеси серной и ортофосфорной кислот и нагревают до растворения железа. Раствор окисляют, прибавляя по каплям азотную кислоту, кипятят до удаления окислов азота и охлаждают. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

В семь колб вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 40 см<sup>3</sup> полученного раствора железа и в шесть из них добавляют 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0,02; 0,04; 0,10; 0,20 и 0,40 мг марганца.

Раствор в каждой колбе доливают водой приблизительно до 50 см<sup>3</sup>, прибавляют по 5 см<sup>3</sup> смеси серной и ортофосфорной кислот и по 10 см<sup>3</sup> йоднокислого калия. Растворы нагревают до кипения, кипятят 1—2 мин и оставляют на 40—50 мин при температуре 90 °С. Раствор в седьмой колбе используют для проведения контрольного опыта и в качестве раствора сравнения.

Растворы охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup>, доливают водой, не содержащей восстановителей, до метки и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при длине волны 545 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн 530—550 нм, в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного анализа.

По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им массам марганца строят градуировочный график.

### (Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

#### 2.4. Обработка результатов

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

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

где  $m$  — масса навески стали, соответствующая фотометрируемой аликвотной части раствора, мг;

$m_1$  — масса марганца, найденная по градуировочному графику, мг.

### (Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между крайними из трех параллельных результатов при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 2.