

НИСТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР****СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ****Методы определения марганца**Titanium alloys.  
Methods for the determination of manganese**ГОСТ**  
**19863.7—91**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,02 до 2,5%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 2,5%) методы определения марганца.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, окислении марганца до семивалентного йоднокислым калием и измерении оптической плотности раствора при длине волны 525 нм.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Вода, очищенная от веществ-восстановителей: к 1000 см<sup>3</sup> воды приливают 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1, перемешивают, нагревают до кипения, добавляют 0,2—0,3 г йоднокислого калия, кипятят в течение 10 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и растворы 1 : 1, 1 : 3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 4.

---

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Смесь кислот: в коническую колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 520 см<sup>3</sup> воды, осторожно, порциями по 10 см<sup>3</sup> при перемешивании стеклянной палочкой приливают 100 см<sup>3</sup> серной кислоты и 250 см<sup>3</sup> азотной кислоты, раствор охлаждают до комнатной температуры и перемешивают.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Калий йоднокислый, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>: 25 г калия йоднокислого помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 400 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, нагревают до растворения йоднокислого калия, охлаждают до комнатной температуры, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают раствором азотной кислоты до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 40 г/дм<sup>3</sup>, готовят перед употреблением.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195.

Марганец металлический по ГОСТ 6008 марки Мр00.

Если поверхность металлического марганца покрыта окисной пленкой, то ее очищают. Для этого 2—3 г марганца помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 60 см<sup>3</sup> смеси кислот и несколько раз перемешивают. Через 3—5 мин, когда поверхность металла станет блестящей, раствор сливают, стружку промывают водой, дважды промывают ацетоном, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°С в течение 2—3 мин и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

Стандартный раствор марганца

1 г марганца помещают в высокий стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 45—50 см<sup>3</sup> воды и 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор осторожно кипятят в течение 2—3 мин, охлаждают до комнатной температуры. Стекло ополаскивают водой над стаканом, в котором растворяли марганец. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора содержит 0,001 г марганца.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Допускается приготовление раствора другим способом:

2,8776 г марганцовокислого калия помещают в высокий стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 200 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1 и растворяют при нагревании. К раствору добавляют несколько кристаллов сернистокислого натрия до обесцвечивания раствора, избыток восстановителя удаляют осторожным кипячением в течение 5—6 мин.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора содержит 0,001 г марганца.

## 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 80 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 3 и растворяют при нагревании.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Масса навески пробы, г
От 0,02 до 0,2 включ.	1
Св. 0,2 » 0,8 »	0,2
» 0,8 » 2,5 »	0,1

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски и кипятят 3 мин. Стенки колбы обмывают 25—30 см<sup>3</sup> воды, приливают 25 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия и кипятят в течение 10 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, предварительно ополоснув колбу водой, не содержащей восстановителей, этой же водой доливают до метки и перемешивают.

2.3.2. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 525 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 20 мм.

2.3.3. Раствором сравнения служит компенсирующий раствор, для приготовления которого к 25—30 см<sup>3</sup> раствора, подготовленного для измерения оптической плотности, добавляют 2—3 капли раствора азотистокислого натрия до обесцвечивания раствора. Для каждой серии проб используют соответствующий ей компенсирующий раствор.

Массовую долю марганца вычисляют по градуировочному графику.

## 2.3.4. Построение градуировочного графика

В шесть из семи конических колб вместимостью по 250 см<sup>3</sup> отмеряют из микробюретки 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора марганца, что соответствует 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г марганца, приливают по 80 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 3 и далее продолжают по пп. 2.3.1 и 2.3.2.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен марганец.

По полученным значениям оптической плотности 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

$$X = \frac{c_m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $m$  — масса марганца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,020 до 0,100 включ	0,036	0,010
Св 0,10 » 0,25 »	0,01	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,05
» 1,00 » 2,50 »	0,06	0,03

### 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и бромфтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции марганца при длине волны 279,5 нм в пламени ацетилен — воздух.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для марганца.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35–1,40 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 1.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота бромфтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре  $(10 \pm 2)^\circ\text{C}$  добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Раствор титана 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.