

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

УДК 669.11—492.001.4 : 006.354

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения марганца

ГОСТ

Iron powder.

16412.4—91

Methods for the determination of manganese

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Наственный стандарт устанавливает титриметрический персульфатный (при массовой доле марганца от 0,1% и выше) и фотометрический (при массовой доле марганца от 0,02 до 0,8%) методы определения марганца в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца надсернокислым аммонием в присутствии катализатора азотнокислого серебра до марганцевой кислоты с последующим титрованием севервалентного марганца раствором арсенит-нитрита натрия. В качестве титруванного раствора допускается также использование раствора тиосульфата натрия.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 2:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь кислот: к 500 см³ воды осторожно, при непрерывном перемешивании, приливают 125 см³ серной кислоты, охлаждают, приливают 100 см³ ортофосфорной кислоты и 275 см³ азотной кислоты и перемешивают.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478, свежеприготовленный раствор с массовой долей 15%.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 0,1%.

Издание официальное

Наственный стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта ССР

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 15%.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197.

Натрий мышьяковистокислый, содержащий азотистокислый натрий (арсенит-нитрит натрия), титрованный раствор: 0,2 г мышьяковистого ангидрида помещают в стакан вместимостью 600 см³, растворяют в 25 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 15% при умеренном нагревании и непрерывном размешивании. Раствор разбавляют водой до 200 см³, охлаждают, приливают разбавленную серную кислоту до кислой реакции по лакмусу и добавляют избыток ее 2—3 см³. Избыток серной кислоты нейтрализуют углекислым кислым натрием по лакмусу. К полученному раствору прибавляют 0,85 г азотистокислого натрия и перемешивают до растворения соли. Содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки, тщательно перемешивают.

Раствор арсенит-нитрита натрия можно также приготовить из мышьяковистокислого натрия: 0,4 г мышьяковистого натрия растворяют в 200 см³ воды, прибавляют 0,75 г азотистокислого натрия, перемешивают до полного растворения, разбавляют водой до 1 дм³ и тщательно перемешивают.

Натрия тиосульфат кристаллический (серноватистокислый) по ГОСТ 244, титрованный раствор: 0,65 г тиосульфата натрия растворяют на холода в 1 дм³ свежепрокипяченной и охлажденной воды. К полученному раствору для его стабилизации добавляют 0,2 г углекислого натрия, тщательно перемешивают и дают отстояться 10 сут. Раствор тиосульфата натрия хранят в темных склянках, защищенных от действия окислителей и углекислого газа воздуха.

Устанавливают массовую концентрацию раствора мышьяковистокислого натрия и серноватистокислого натрия по стандартному образцу стали, близкому по химическому составу и массовой доле марганца к анализируемому железному порошку.

Массовую концентрацию раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия (T), выраженную в граммах марганца на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C_{st} \cdot m}{V \cdot 100},$$

где C_{st} — массовая доля марганца в стандартном образце, %;

m — масса стандартного образца, г;

V — объем раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³.

С. 3 ГОСТ 16412.4—91

2.3. Проведение испытания

При определении массовой доли марганца берут навеску железного порошка массой 1 г (при массовой доле марганца от 0,1 до 0,2%); 0,2 г (при массовой доле марганца от 0,2% и выше) и помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 30 см³ смеси кислот и содержимое колбы умеренно нагревают до растворения всей навески. Раствор кипятят 5 мин для удаления окислов азота. К раствору прибавляют 100 см³ воды, 5 см³ раствора азотнокислого серебра, 20 см³ свежеприготовленного раствора нафсернокислого аммония, доводят до кипения и кипятят содержимое колбы не более 1 мин. Колбу с раствором снимают с горелки, выдерживают в теплом месте 5 мин (до прекращения выделения пузырьков кислорода). Затем охлаждают в проточной воде до комнатной температуры и немедленно титруют марганцовую кислоту раствором арсенита-нитрита натрия (или тиосульфата натрия). Титрованный раствор приливают со скоростью 5—6 см³/мин до перехода окраски титруемого раствора в бледно-розовую, последующие порции раствора прибавляют по каплям до полного исчезновения розовой окраски.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия, израсходованный на титрование раствора пробы, см³;

V_1 — объем раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

T — массовая концентрация раствора арсенита-нитрита натрия или тиосульфата натрия, выраженная в г/см³ марганца;

m — масса навески железного порошка, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,02 до 0,05 включ.	0,005
Св. 0,05 > 0,20 >	0,01
> 0,20 > 0,40 >	0,02
> 0,40 > 0,80 >	0,03

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении ионов двухвалентного марганца до семивалентного периодатом калия в сернокислом растворе. Определению мешают ионы трехвалентного железа. Для их маскировки, а также с целью предотвращения образования нерастворимых соединений периодата марганца применяют фосфорную кислоту.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Смесь кислот для растворения: к 500 см³ воды осторожно при непрерывном помешивании приливают 90 см³ серной кислоты, охлаждают и приливают 275 см³ азотной кислоты.

Смесь серной и фосфорной кислот: к 700 см³ воды осторожно при непрерывном перемешивании приливают 150 см³ серной кислоты, охлаждают, приливают 150 см³ фосфорной кислоты, перемешивают и охлаждают.

Калий йодинокислый (периодат) по нормативно-технической документации.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3%.

Карбонильное железо, ос. ч.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Вода, свободная от восстанавливающих веществ: в колбу вместимостью 2 дм³ наливают 1 дм³ воды, приливают по каплям серную кислоту до pH 3 по универсальной индикаторной бумаге и нагревают до кипения, затем колбу снимают с плиты; прибавляют несколько кристаллов периодата калия, кипятят 5 мин и охлаждают.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: 0,2877 г марганцовокислого калия помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ воды, добавляют 20 см³ разбавленной серной кислоты, нагревают, добавляют по каплям раствор перекиси водорода до обесцвечивания и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, прибавляют 50 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,0001 г марганца.

Раствор Б: 200 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают, готовят перед применением.