

ФЕРРОВОЛЬФРАМ**Метод определения марганца**

Ferrotungsten.

Method for the determination of manganese

**ГОСТ
14638.5—81
(СТ СЭВ
2203—80)****Взамен
ГОСТ 14638.5—69**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3027 срок действия установлен

с 01.01.1983 г.до 01.01.1988 г.**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения массовой доли марганца в диапазоне от 0,05 до 0,7% в ферровольфраме.

Метод основан на образовании марганцовой кислоты в результате окисления двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием в серно-фосфорнокислой среде и измерении оптической плотности окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 525 нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром в области светопропускания от 500 до 550 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2203—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и растворы 1:1, 1:200.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Калий йоднокислый 2%-ный раствор: 20 г йоднокислого калия растворяют при нагревании в 1 дм³ горячей серной кислоты (1:200). Горячий раствор фильтруют. При хранении часть йоднокислого калия выпадает в осадок, поэтому перед употреблением раствор нагревают до растворения кристаллов и пользуются раствором, нагретым до температуры 50—60°C.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 3%-ный раствор.

Перекись водорода по ГОСТ 177—77, разбавленная 1:9.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490—75.

Вода, свободная от органических примесей. В колбу вместимостью 2 дм³ наливают 1 дм³ дистиллированной воды, добавляют 10 см³ серной кислоты (1:1), 1—2 кристалла марганцевокислого калия и кипятят в течение 5—10 мин.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: 0,5754 г марганцевокислого калия помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 400—450 см³ воды. К раствору приливают 10 см³ серной кислоты (1:1) и восстанавливают семивалентный марганец раствором перекиси водорода, приливая последний по каплям до обесцвечивания раствора. Раствор кипятят 8—10 мин, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация марганца в растворе А равна 0,0002 г/см³.

Раствор Б: 50 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация марганца в растворе Б равна 0,00005 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферровольфрама массой 0,1 г помещают в платиновую чашку, приливают 2—3 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 5 см³ азотной кислоты и растворяют при нагревании. После растворения навески приливают по 10 см³ серной и ортофосфорной кислот и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин. Содержимое чашки охлаждают, приливают 20 см³ воды, нагревают до растворения солей и переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. Раствор разбавляют водой до объема 100 см³, нагревают до кипения, осторожно приливают 40 см³ горячего раствора йоднокислого калия и выдерживают 25—30 мин при температуре, близкой к температуре кипения. Раствор охлаждают, затем переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до

метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре. В качестве раствора сравнения применяют часть испытуемого раствора. Для этого в коническую колбу вместимостью 200 см³ помещают 80—100 см³ анализируемого раствора и при перемешивании марганцевую кислоту восстанавливают 1—2 каплями раствора азотистокислого натрия.

Содержание марганца (с учетом контрольного опыта) находят по градуировочному графику или методом сравнения по стандартным образцам, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

3.2. Построение градуировочного графика

В восемь из девяти конических колб вместимостью по 250 см³ последовательно помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006 и 0,0007 г марганца.

В каждую колбу приливают по 100 см³ воды, 10 см³ серной кислоты и 5 см³ ортофосфорной кислоты, нагревают до кипения, приливают 40 см³ раствора йоднокислого калия. Далее анализ проводят как указано в п. 3.1. Раствор девятой колбы, в которую помещены все применяемые для построения градуировочного графика реактивы, служит контрольным опытом на загрязнение реактивов марганцем и раствором сравнения.

По найденным значениям оптической плотности строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю марганца (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески пробы, г.

4.2. Массовую долю марганца (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля марганца в стандартном образце, %;
 D — оптическая плотность раствора анализируемой пробы;
 D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;
 D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов.

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

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,1	0,015
Св. 0,1 » 0,25	0,02
» 0,25 » 0,5	0,025
» 0,5 » 0,7	0,035

Изменение № 1 ГОСТ 14638.5—81 Ферровольфрам. Метод определения марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.87 № 158

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Раздел 2. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³», «3 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 30 г/дм³».

Пункт 4.3 (кроме таблицы) изложить в новой редакции: «4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

(ИУС № 5 1987 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 14638.1—81	Ферровольфрам. Методы определения вольфрама	. . .	1
ГОСТ 14638.2—81	Ферровольфрам. Методы определения серы	. . .	11
ГОСТ 14638.3—81	Ферровольфрам. Метод определения фосфора	. . .	19
ГОСТ 14638.4—81	Ферровольфрам. Метод определения кремния	. . .	25
ГОСТ 14638.5—81	Ферровольфрам. Метод определения марганца	. . .	29
ГОСТ 14638.7—81	Ферровольфрам. Методы определения углерода	. . .	33

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *М. Н. Гринвальд*

Сдано в наб. 30.06.81 Подп. к печ. 16.09.81 2,5 п. л. 2,43 уч.-изд. л. Тир. 16000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1832