

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Метод определения марганца

Tin bronze. Method for the determination
of manganeseГОСТ
1953.13—79*Взамен
ГОСТ 1953.13—76

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1979 г. № 3899 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения марганца (от 0,05 до 0,3 %).

Метод основан на окислении марганца (II) до марганца (VII) йоднокислым калием и измерении образовавшейся окраски перманганат-иона.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ РС 2579—70.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: 200 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, смешивают с 10 см³ ортофосфорной кислоты и 50 см³ серной кислоты.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание, июнь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1983 г.; Пост. № 899 от 22.02.83 (ИУС 6—83)

Калий йоднокислый.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,1 н. раствор.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 50 г/дм³.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 9,1 см³ полученного 0,1 н. раствора марганцовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г марганца.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску бронзы массой 1 г при массовой доле марганца от 0,05 до 0,1 % и 0,2 г при массовой доле марганца от 0,1 до 0,3 % помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 35 см³ смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения навески ополаскивают стекло и стенки стакана водой и кипятят 1—2 мин для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 50 см³, добавляют 0,3 г йоднокислого калия, нагревают почти до кипения и выдерживают на водяной бане при 80—90°C около 20 мин. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром или на спектрофотометре при 528 нм. В качестве раствора сравнения используют тот же раствор пробы, в котором марганцовую кислоту восстанавливают до двухвалентного марганца прибавлением по каплям раствора азотистокислого натрия.

3.2 Построение градуировочного графика

В колбы вместимостью по 100 мл последовательно помещают 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 мл стандартного раствора марганца, доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 3.1, применяя раствор, не содержащий марганца в качестве раствора сравнения.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — количество марганца, найденное по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения (Y) результатов анализа в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y = 0,005 + 0,05X,$$

где X — массовая доля марганца в сплаве, %.

Изменение № 2 ГОСТ 1953.13—79 Бронзы оловянные. Метод определения марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.08.90 № 2415

Дата введения 01.03.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения марганца (от 0,05 до 0,3 %) в оловянных бронзах».

Пункт 1.1. Заменить слова: «по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях» на «по ГОСТ 25086—87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1—79».

Раздел 2 дополнить разделом — 2а:

«2а. Фотометрический метод

2а.1. Сущность метода

Метод основан на измерении образовавшейся окраски перманганат-иона после окисления марганца (II) до марганца (VII) иоднокислым калием».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n=3$), указанных в таблице.

Массовая доля марганца, %	d , %	D , %
От 0,05 до 0,10 включ.	0,006	0,008
Св. 0,10 » 0,20 »	0,01	0,01
» 0,20 » 0,30 »	0,02	0,03

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3—4.5: «4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в таблице.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденных по ГОСТ 8.315—78, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

4.5. Фотометрический метод применяется в случае разногласий в оценке качества оловянных бронз».

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Атомно-абсорбционный метод определения марганца

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами марганца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для марганца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Смесь кислот: смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Марганец по ГОСТ 6008—82.

Раствор марганца: 0,1 г марганца растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

(Продолжение см. с. 83)

1 см³ раствора содержит 0,0001 г марганца.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску бронзы массой 0,1 г растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 279,5 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. Построение градуировочного графика

В четыре из пяти мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 см³ стандартного раствора марганца. Во все колбы приливают по 10 см³ смеси кислот и доливают до метки водой.

Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация марганца, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n=3$), указанных в таблице.

5.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в таблице.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным ГОСТ 8.315—78, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 11 1990 г.)