

## СИЛУМИН В ЧУШКАХ

Методы определения марганца

Aluminium-silicon alloy ingots.  
Methods for determination of manganese

ГОСТ

1762.5-71

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.73  
до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения марганца при массовой доле от 0,005 до 0,8% в силумине в чушках.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 1762.0—71.

## ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на измерении оптической плотности раствора марганцевой кислоты, образующейся при окислении двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием или натрием в кислой среде.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК, спектрофотометр типа СФ-16, СФ-26 или аналогичные.

Вода без восстановительных веществ; готовят следующим образом: воду, подкисленную серной кислотой (5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, на 1 дм<sup>3</sup> воды), доводят до кипения, прибавляют несколько кристаллов йоднокислого калия и кипятят в течение 10 мин.

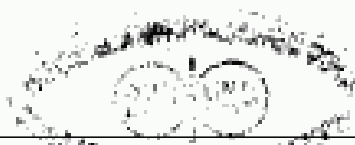
Калий йоднокислый (периодат) или натрий йоднокислый.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

35



Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь кислот; готовят следующим образом: к 550 см<sup>3</sup> воды приливают при перемешивании 200 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и 250 см<sup>3</sup> азотной кислоты.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой долей 2%.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Марганец металлический в виде стружки по ГОСТ 6008—82.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Марганец металлический при наличии окисного слоя предварительно очищают: несколько граммов металла помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют около 80 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и 100 см<sup>3</sup> воды, перемешивают и через несколько минут сливают раствор.

Металл промывают два раза водой, затем ацетоном, сушат в сушильном шкафу при 100°C в течение 2 мин и охлаждают в эксикаторе.

Стандартные растворы марганца

Раствор А, готовят следующим образом: 0,2877 г марганцовокислого калия растворяют в воде, прибавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, добавляют по каплям перекись водорода до обесцвечивания и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Остаток после охлаждения разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают или 0,1000 г марганца растворяют в стакане вместимостью 400 см<sup>3</sup> под часовым стеклом в 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с добавлением 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор кипятят несколько минут, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг марганца.

Раствор Б, готовят перед применением следующим образом: 25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг марганца.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. При массовой доле марганца до 0,04%

Навеску силумина 0,5—1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 45—60 см<sup>3</sup> смеси кислот и выпаривают до вы-

деления густых белых паров серного ангидрида. После охлаждения к остатку прибавляют 80—100 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до растворения солей. Горячий раствор фильтруют через плотный фильтр с бумажной массой, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают горячей водой.

Фильтрат выпаривают приблизительно до 45 см<sup>3</sup>. К горячему раствору прибавляют 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, нагревают до кипения и прибавляют 0,3 г периодата калия. Полученный раствор перемешивают до растворения периодата калия, кипятят 5 мин до выявления окраски и затем помещают колбу с раствором на 35—40 мин на песчаную баню. Во время нагревания и кипячения прибавляют воду для сохранения первоначального объема жидкости. Охлажденный окрашенный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, предварительно обмытую водой, не содержащей восстановительных веществ, разбавляют этой же водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 528 нм. Раствором сравнения служит вода.

После измерения оптической плотности обесцвечивают марганцевую кислоту с помощью двух-трех капель раствора нитрита натрия, прибавляют его в кювету и снова измеряют оптическую плотность раствора. Разница между оптической плотностью окрашенного раствора и оптической плотностью фона представляет собой оптическую плотность марганцевой кислоты.

Содержание марганца находят по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

### 3.1.1. *Приготовление раствора контрольного опыта*

30 см<sup>3</sup> смеси кислот помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и выпаривают досуха, не прокаливая. К остатку приливают небольшое количество горячей воды и перемешивают, затем приливают 30 см<sup>3</sup> смеси кислот, нагревают до выделения паров серного ангидрида, охлаждают, разбавляют водой до объема около 45 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

### 3.1.2. *Построение градуировочного графика*

В семь конических колб вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 15,0; 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12; 0,15; 0,20 мг марганца, добавляют по 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, разбавляют водой до объема приблизительно 45 см<sup>3</sup>, прибавляют по 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, нагревают до кипения.

ния, прибавляют 0,3 г периодата калия и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

В качестве раствора сравнения используют воду.

По полученным значениям оптической плотности и известным массам марганца в растворе строят градуировочный график.

3.2. При массовой доле марганца от 0,04% до 0,8%

Навеску силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> смеси кислот и выпаривают до начала выделения густых белых паров серного ангидрида. После охлаждения к остатку прибавляют 60—70 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до растворения солей, затем раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>.

Раствор в мерной колбе доливают до метки водой и перемешивают.

Часть раствора фильтруют через сухой плотный фильтр в сухую колбу.

Для окисления марганца отбирают аликвотную часть раствора 50 см<sup>3</sup> в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, разбавляют водой до получения объема приблизительно 80 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, нагревают до кипения и прибавляют 0,3 г периодата калия. Полученный раствор перемешивают до растворения периодата калия, кипятят 5 мин до выявления окраски и затем помещают колбу с раствором на 30 мин на песчаную баню. Во время нагревания и кипячения прибавляют воду для сохранения первоначального объема жидкости. Охлажденный окрашенный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, предварительно обмытую водой, не содержащей восстановительных веществ, разбавляют этой же водой до метки, перемешивают. Раствором сравнения служит вода. Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 528 нм.

Раствор контрольного опыта готовят одновременно с анализируемым раствором с тем же количеством реактивов.

### 3.2.1. Построение градуировочного графика

В восемь конических колб вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают последовательно 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг марганца, добавляют по 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, разбавляют до объема примерно 45 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.2.

В качестве раствора сравнения используют воду.

Измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптической плотности и известным массам марганца в растворах строят градуировочный график.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовая доля марганца ( $X$ ) в процентах (при проведении анализа по п. 3.1) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

где  $m_1$  — масса марганца, найденная по градуировочному графику, мг;

$m$  — масса навески силумина, г.

4.2. Массовая доля марганца ( $X$ ) в процентах (при проведении анализа по п. 3.2) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{v_1 \cdot m \cdot 1000}$$

где  $m_1$  — масса марганца, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$v_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески силумина, г.

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

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходности	воспроизводимости
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 > 0,030 >	0,005	0,008
> 0,030 > 0,100 >	0,007	0,010
> 0,100 > 0,250 >	0,010	0,020
> 0,250 > 0,800 >	0,030	0,050

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Сущность метода состоит в измерении атомной абсорбции марганца в пламени ацетилен-воздух при длине волны 279,5 нм.

#### 3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрометр атомно-абсорбционный модели Перкин-Эльмер, «Сатурн» или аналогичный.

Лампа с полым катодом, предназначенная для определения марганца.

Ацетилен в баллонах, технический по ГОСТ 5457—75.

Электродпечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 1000°C.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Чашки платиновые, серебряные, никелевые.

Алюминий марки А-999 по ГОСТ 11069—74.

Раствор алюминия А, 20 г/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 10,0 г алюминия помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, добавляют 250 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании с добавлением 1 см<sup>3</sup> хлористого никеля. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Раствор кремния Б, 1 г/дм<sup>3</sup>: 2,14 г тонко растертой в агатовой или оргстекла ступке и предварительно прокаленной в течение одного часа при температуре 1000°C двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 15 г безводного углекислого натрия при температуре 900°C до получения прозрачного плава, в течение 15 мин. Плав растворяют в воде при нагревании в платиновой, серебряной или никелевой чашке. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Раствор оксида натрия В, 100 г/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 190 г высушенного при температуре 105°C в течение 30 мин хлористого натрия растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490—75.

Марганец металлический в виде стружки по ГОСТ 6008—82; очистку окисной пленки проводят по разд. 2.

#### Стандартные растворы марганца

Раствор Д: 2,8767 г марганцевокислого калия помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, помещают в стакан, прибавляют 200 см<sup>3</sup> воды и 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, растворяют при нагревании. К раствору добавляют по каплям раствор пероксида водорода до обесцвечивания, выпаривают до паров серной кислоты. Остаток после охлаждения разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и

перемешивают или 1,000 г металлического марганца растворяют в стакане вместимостью 600 см<sup>3</sup> под часовым стеклом в 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с добавлением 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор кипятят в течение 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Д содержит 1 мг марганца.

Раствор Е: отбирают пипеткой 20 см<sup>3</sup> раствора Д в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают; готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора Е содержит 0,1 мг марганца.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор с массовой долей 0,2%.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1%.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Навеску пробы силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и приливают 20 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. По окончании бурной реакции раствор нагревают на песчаной бане до полного растворения сплава, добавляют примерно 100 см<sup>3</sup> воды и осторожно в охлажденный раствор приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до просветления, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора пероксида водорода и кипятят 3—5 мин для разрушения ее избытка.

Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Одновременно проводят контрольный опыт, используя все реактивы при растворении пробы силумина с добавлением 20 см<sup>3</sup> раствора алюминия А.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в растворе пробы, растворе контрольного опыта и в растворах, приготовленных для построения градуировочного графика при длине волны 279,5 нм в пламени воздух-ацетилен.

Массовую долю марганца определяют по градуировочному графику, который строят при каждой съемке.

### 6.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают последовательно по 12,5 см<sup>3</sup> раствора А, по 7 см<sup>3</sup> раствора В и соответственно 0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 12,5; 25,0; 40,0 см<sup>3</sup> раствора Е, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,05; 0,10; 0,25; 0,5; 0,8% массовой доли марганца в силумине.

Растворы доводят водой до объема 100 см<sup>3</sup> и медленно порциями, тщательно перемешивая, приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора

Б, прибавляют 3—4 капли индикатора метилового оранжевого и по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:1, до изменения окраски индикатора в красный цвет. Затем растворы в колбах доводят до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 6.1.

По полученным значениям атомной абсорбции растворов и известным значениям массовых долей марганца строят градуировочный график.

## 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю марганца в процентах находят по градуировочному графику, за вычетом контрольного опыта.

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

Разд. 5—7. (Введены дополнительно, Изм. № 2).



## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР****РАЗРАБОТЧИКИ СТАНДАРТА**

А. А. Костюков, Г. А. Романов, Н. М. Герцева, А. П. Нечигайлов, В. А. Лавров

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.10.77 № 141****3. Периодичность проверки — 5 лет****4. ВЗАМЕН ГОСТ 1762—51 (в части разд. VI)****5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	Разд. 5
ГОСТ 1762.0—71	1.1
ГОСТ 2603—79	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 5
ГОСТ 4038—79	Разд. 5
ГОСТ 4197—74	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 4233—77	Разд. 5
ГОСТ 4328—77	Разд. 5
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 5457—75	Разд. 5
ГОСТ 6008—82	Разд. 2, 5
ГОСТ 6552—80	Разд. 2
ГОСТ 9428—73	Разд. 5
ГОСТ 10929—76	Разд. 2, 5
ГОСТ 11069—74	Разд. 5
ГОСТ 20490—75	Разд. 2, 5

**6. Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 27.03.89 № 742****7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1989 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1984 г., в марте 1989 г. (ИУС 12—84, 6—89)**