

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Метод определения марганца

Vanadium base alloys and alloying elements.
Method for determination of manganese

ГОСТ
26473.5—85

ОКСТУ 1209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 751 срок действия установлен

с 01.07.86

до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения марганца (от 50 до 75%) в бинарных лигатурах ванадий—марганец.

Метод основан на окислении марганца в смешанной сернофосфорнокислой среде до семивалентного состояния надсерноокислым аммонием в присутствии катализатора (азотнокислого серебра) и титровании марганцовой кислоты щавелевой кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 см³, 1 дм³.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см³ с делениями.

Бюретка вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,05 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.



Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота щавелевая, раствор молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм³ (в реакции восстановления марганца в кислой среде); готовят из стандарт-титра, 0,1 н.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрацией 2,5 г/дм³.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор концентрацией 200 г/дм³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 15—20 см³ раствора серной кислоты, растворяют при нагревании, добавляют 1—2 см³ раствора азотной кислоты, упаривают до паров серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 5—3 см³ раствора пробы, содержащей около 0,01 г марганца, приливают 100 см³ воды, 7 см³ раствора ортофосфорной кислоты и 10 см³ раствора азотнокислого серебра, раствор нагревают до 80—90°C, приливают 10 см³ раствора надсернистого аммония, выдерживают раствор пробы при 50—60°C в течение 25—30 мин, затем кипятят до полного прекращения выделения мелких пузырьков. Раствор охлаждают до 60—70°C и медленно титруют марганец раствором щавелевой кислоты до исчезновения розовой окраски.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{0,001099 \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

где V — объем раствора щавелевой кислоты, израсходованный на титрование, см³;

V_1 — вместимость мерной колбы, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см³;

0,001099 — массовая концентрация раствора щавелевой кислоты, выраженная в г/см³ марганца;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

определений не должно превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля марганца, % | Допускаемое расхождение, % |
|---------------------------|----------------------------|
| 50 | 1,1 |
| 75 | 1,7 |

Изменение № 1 ГОСТ 26473.5—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод определения марганца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 676

Дата введения 01.01.92

Пункт 4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Значения допускаемых расхождений приведены в таблице»;

(Продолжение см. с. 38)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.5—85)

таблица. Графа «Массовая доля марганца, %». Заменить значения: **50 на 50,0; 75 на 75,0.**

(ИУС № 8 1991 г.)