

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Методы определения марганца

Hard-facing materials.
Methods of manganese determinationГОСТ
11930.5-79*Взамен
ГОСТ 11930-66
в части разд. 3

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262
срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,4 до 4%) и объемный метод определения марганца (при массовой доле марганца от 6 до 8,5%) в наплавочных материалах.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 11930.0-79.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

2.1. Сущность метода

Метод предназначен для анализа прутков для наплавки марок: Пр-С27, Пр-С1, Пр-С2, Пр-ВЗК-Р по ГОСТ 21449-75, порошков из сплавов для наплавки марок: ПГ-С27, ПГ-С1, ПГ-УС25, ПГ-ФБХ6-2, ПГ-АН1 по ГОСТ 21448-75.

Метод основан на окислении марганца в сернофосфорнокислой среде периодитом калия до марганцевой кислоты, интенсивность окраски которой измеряют на фотоэлектроколориметре.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:1 и 1:4.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3-85).



Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Калий йоднокислый.

Кислота селенистая по ГОСТ 11081—75, 2%-ный раствор.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—82.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 0,1 г металлического марганца растворяют в 25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления окислов азота и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Раствор разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г марганца.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Марганец определяют в фильтрате после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79.

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ отбирают от 5 до 50 см³ анализируемого раствора (в зависимости от содержания марганца) в стакан вместимостью 100 см³, добавляют серную кислоту (с таким расчетом, чтобы окрашенный раствор был 2—3%-ным по серной кислоте), 1 см³ фосфорной кислоты, 0,5 г йоднокислого калия. Содержимое колбы разбавляют до 50 см³ дистиллированной водой и нагревают до кипения. Горячий раствор оставляют на 30 мин на теплой плитке до полного развития окраски. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют дистиллированной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda=490$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Для приготовления раствора сравнения используют соответствующую часть исследуемого раствора, в котором марганцовую кислоту восстанавливают прибавлением (при перемешивании) нескольких капель раствора селенистой кислоты.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1, 2, 3, 4, 5 см³ стандартного раствора марганца, 2—3 см³ серной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 200 \cdot 100}{m_1 V},$$

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

m_1 — масса навески, г;

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,4 до 1,5	0,05
Св. 1,5 до 4,0	0,10

3. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА

3.1. Сущность метода

Метод предназначен для анализа смеси порошков для наплавки марки С-2М по ГОСТ 11546—75.

Метод основан на окислении марганца до семивалентного с последующим титрованием его раствором соли Мора. Хром предварительно отделяют окисью цинка.

3.2. Реактивы и растворы указаны в п. 2.2 с дополнением:

Конго красный.

Цинка окись по ГОСТ 10262—73, взмученную в воде окись цинка готовят следующим образом: 20—25 г мелкоизмельченной окиси цинка растирают в фарфоровой ступке с 50 см³ горячей (50—60°C) воды до пастообразного состояния и переносят в стакан вместимостью 200 см³, добавляя еще 25 см³ воды. Перед применением смесь хорошо размешивают стеклянной палочкой для придания ей однородной консистенции.

3.3. Проведение анализа

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ по ГОСТ 11930.3—79 отбирают в стакан от 50 до 100 см³ анализируемого раствора и выпаривают до 25 см³. Раствор нейтрализуют по бумажке конго раствором гидроксида натрия до начала выпадения осадка, который затем растворяют прибавлением нескольких капель серной кислоты, разбавленной 1:4. Раствор нагревают до температуры 65—70°C, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и приливают небольшими количествами хорошо взмученную в воде окись цинка, тщательно взбалтывая каждый раз содержимое колбы, пока на дне колбы окажется небольшой избыток окиси цинка. Содержимое колбы нагревают до 70—80°C и выдерживают в течение 5 мин. Затем раствор охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют, отбирают 50 см³ в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:4, и вводят в избыток 25 см³. Прибав-

ляют 5 см³ фосфорной кислоты, 2 см³ 0,5%-ного раствора азотно-кислого серебра, 2—3 г надсерниокислого аммония и разбавляют водой до 150 см³. Раствор кипятят 10 мин до полного окисления марганца. Охлажденный раствор титруют 0,1 н. раствором соли Мора в присутствии 0,5 см³ 0,2%-ного раствора фенилантрапило-вой кислоты.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю марганца (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{VT \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100}{V_1 m_1 \cdot 50} ,$$

где V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование марганца, см³;

T — титр раствора соли Мора, выраженный в г/см³ марганца;

V_1 — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 6 до 7	0,2
Св. 7 > 8,5	0,3

Вводная часть. Заменить значения: «от 0,4 до 4 %» на «от 0,4 до 6 %».

Пункт 2.1. Первый абзац исключить.

Пункт 2.2. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Калий йоднокислый, раствор: 50 г калия йоднокислого помещают в колбу вместимостью 500 см³, добавляют 100 см³ воды, 200 см³ серной кислоты, перемешивают, добавляют 100 см³ ортофосфорной кислоты»;

пятый абзац. Заменить слова: «2%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 2 %»;

шестой абзац дополнить словами: «Очистка марганца: 10 г марганца обрабатывают в смеси, состоящей из 50 см³ воды и 5 см³ азотной кислоты. После 6-кратной промывки водой металл сушат при комнатной температуре»;

исключить ссылку: ГОСТ 11081—75.

Пункт 2.3.1. Заменить слова: «добавляют серную кислоту (с таким расчетом, чтобы окрашенный раствор был 2—3%-ным по серной кислоте), 1 см³ фосфорной кислоты, 0,5 г йоднокислого калия» на «добавляют 10 см³ раствора йоднокислого калия».

Пункт 2.3.2. Заменить слова: «2—3 см³ серной кислоты» на «10 см³ раствора йоднокислого калия».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений допустимых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Допустимые расхождения трех параллельных определений, %	Допустимые расхождения результатов анализа, %
От 0,40 до 1,50 включ.	0,05	0,10
Св. 1,50 » 4,00 »	0,10	0,15
» 4,00 » 6,00 »	0,15	0,20

(Продолжение см. с. 46)

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: «марки С-2М по ГОСТ 11546-75».

Пункт 3.3. Заменить слова и значение: «0,5%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 0,5 %»; 0,1 и. на 0,1 М; «3,2%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 0,2 %».

Пункт 3.4.1. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допустимых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 6,0 до 7,0 включ.	0,2	0,3
Св. 7,0 » 8,5 »	0,3	0,4

(ИУС № 3 1990 г.)