

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 6473.0—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 надсерникоксильный 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 надсерникоксильного 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.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных 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)

26473.5-85
(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.)