

ГОСТ 11930.5—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2011



## МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

## Методы определения марганца

Hard-facing materials.  
Methods of manganese determination

ГОСТ  
11930.5—79

Взамен  
ГОСТ 11930—66  
в части разд. 3

МКС 25.160.20  
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,4 до 6 %) 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 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.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Калий йоднокислый, раствор: 50 г калия йоднокислого помещают в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, 200 см<sup>3</sup> серной кислоты, перемешивают, добавляют 100 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты.

Кислота селенистая по ТУ 6-09-5407—88 раствор с массовой долей 2 %.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—90.

Очистка марганца: 10 г марганца обрабатывают в смеси, состоящей из 50 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты. После 6-кратной промывки водой металл сушат при комнатной температуре.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 0,1 г металлического марганца растворяют в 25 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления окислов азота и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Раствор разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г марганца.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

*Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г.,  
декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)*

© Издательство стандартов, 1979  
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

**2.3. Проведение анализа**

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

Из мерной колбы вместимостью 200 см<sup>3</sup> отбирают от 5 до 50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (в зависимости от содержания марганца) в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия. Содержимое колбы разбавляют до 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> помещают 1, 2, 3, 4, 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора марганца, 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия 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, см<sup>3</sup>.

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 допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые 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

2.1, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

**3. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА****3.1. Сущность метода**

Метод предназначен для анализа смеси порошков для наплавки.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 см<sup>3</sup> горячей (50—60 °С) воды до пастообразного состояния и переносят в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, добавляя еще 25 см<sup>3</sup> воды. Перед применением смесь хорошо размешивают стеклянной палочкой для придания ей однородной консистенции.

**3.3. Проведение анализа**

Из мерной колбы вместимостью 200 см<sup>3</sup> по ГОСТ 11930.3—79 отбирают в стакан от 50 до 100 см<sup>3</sup> анализируемого раствора и выпаривают до 25 см<sup>3</sup>. Раствор нейтрализуют по бумажке конго раствором гидроокиси натрия до начала выпадения осадка, который затем растворяют прибавлением нескольких капель серной кислоты, разбавленной 1:4. Раствор нагревают до температуры 65—70 °С, переносят в

мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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 °С и выдерживают в течение 5 мин. Затем раствор охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют, отбирают 50 см<sup>3</sup> в коническую колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:4, и вводят в избыток 25 см<sup>3</sup>. Прибавляют 5 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты, 2 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей 0,5 % азотнокислого серебра, 2—3 г надсернистого аммония и разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>. Раствор кипятят 10 мин до полного окисления марганца. Охлажденный раствор титруют 0,1 М раствором соли Мора в присутствии 0,5 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей 0,2 % фенилантраниловой 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, см<sup>3</sup>;

$T$  — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см<sup>3</sup> марганца;

$V_1$  — аликвотная часть анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески, г.

3.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должна превышать допускаемых 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

3.4.1, 3.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

