Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения марганца

ГОСТ 15027.4—77

Non-tin bronze.
Methods for the determination of manganese

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,5% до 6%), фотометрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,01% до 3,5%), потенциометрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 8% до 16%) и атомно-абсорбционный метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,01% до 6%) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ ПЕРСУЛЬФАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного надсернокислым аммонием в кислой среде в присутствии катализатора азотнокислого серебра и титровании семивалентного марганца раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания раствора или солью Мора с потенциометрическим установлением конечной точки титрования или визуальным с фенилантраниловой кислотой в качестве индикатора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр типа ЛПМ-60М.

Электрод платиновый типа ЭТПЛ-01М.

Электрод азотносеребряный (готовят из хлорсеребряного электрода ЭВЛ-1М, не бывшего в употреблении, заполнением его насыщенным раствором азотнокислого калия).

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, насыщенный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,01 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1 и 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 200 г/дм^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277 раствор 10 г/дм^3.

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84 и раствор 20 г/дм^3.

Смесь кислот; готовят следующим образом: к 525 см³ воды приливают осторожно небольшими порциями при перемешивании 100 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 250 см³ концентрированной азотной кислоты и 125 см³ ортофосфорной кислоты.

Марганец марки Мр0, Мр00 по ГОСТ 6008.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 0,1 г марганца растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г марганца.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), 0,0025 моль/дм³ раствор; готовят следующим образом: 1,30 г серноватистокислого натрия растворяют в 1 дм³ свежепрокипяченной и охлажденной воды.

Для стабилизации титра к раствору прибавляют 0,05 г углекислого натрия. Титр раствора тиосульфата натрия устанавливают по стандартному раствору марганца.

Кислота фенилантраниловая, раствор 4 г/дм³ готовят следующим образом: 0,4 г фенилантраниловой кислоты растворяют в 100 см³ теплого раствора углекислого натрия. Раствор фильтруют и хранят не более 10 дней.

Соль Мора (двойная сернокислая соль двухвалентного железа и аммония) по ГОСТ 4208, 0,025 моль/дм³ раствор; готовят следующим образом: 19,608 г соли Мора растворяют в 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9, и той же кислотой разбавляют до 1 дм³.

Установка титра раствора тиосульфата натрия

5 см³ стандартного раствора марганца помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ смеси кислот и кипятят 5 мин для удаления окислов азота. Затем приливают 80 см³ воды, 15 см³ раствора азотнокислого серебра и 20 см³ раствора надсернокислого аммония. Раствор нагревают 15—20 мин при слабом кипении до полного разрушения избытка надсернокислого аммония, о чем свидетельствует прекращение выделения мелких пузырьков кислорода. Окрашенный в фиолетовый цвет раствор быстро охлаждают и титруют марганцовую кислоту 0,0025 моль/дм³ раствором тиосульфата натрия до исчезновения розовой окраски.

Титр раствора тиосульфата натрия (T), выраженный в граммах марганца на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}005}{V},$$

где 0,005 — масса марганца, взятая на титрование, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, затраченный на титрование, см³.

Установка титра раствора соли Мора для потенциометрического титрования

К оттитрованному раствору пробы (см. п. 2.3.2) прибавляют 10 см³ 0,01 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия и снова титруют потенциометрически раствором соли Мора до скачка потенциала.

Установка титра раствора соли Мора для визуального титрования с фенилантраниловой кислотой

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см³ ортофосфорной кислоты, 100 см³ воды и 10,0 см³ 0,01 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия.

Охлажденную смесь титруют раствором соли Мора до слабо-розового окрашивания, затем прибавляют 4—5 капель раствора фенилантраниловой кислоты и дотитровывают до перехода малиновой окраски в светло-желтую.

Титр раствора соли Мора (T_1), выраженный в граммах марганца на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{V \cdot 0{,}0005494}{V_1},$$

где 0,0005494 — масса марганца, соответствующая 1 см³ 0,01 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия, г;

V — объем 0,01 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия, взятый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора соли Мора, затраченный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *При титровании раствором тиосульфата натрия*

2.3.1.1. Для сплавов с массовой долей кремния не более 0,2%.

Навеску бронзы в зависимости от содержания марганца (табл. 1) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ смеси кислот при нагревании.

Раствор кипятят 5 мин для удаления окислов азота, затем приливают 80 см³ воды, 15 см³ раствора азотнокислого серебра, 20 см³ раствора надсернокислого аммония, нагревают раствор до кипения и выдерживают при 90—95 °С в течение 15—20 мин до полного разрушения избытка надсернокислого аммония (до прекращения выделения мелких пузырьков кислорода) и далее анализ ведут как указано в п. 2.3.1.2.

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Масса навески, г
От 0,5 до 1,0	0,5
Св. 1,0 » 3,0	0,2
» 3,0 » 6,0	0,1

2.3.1.2. *Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,2 %*

Навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см³ фтористоводородной кислоты. После полного растворения сплава приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 :1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 30 см³ воды и нагревают до растворения солей и раствор переводят в коническую колбу вместимостью 250 см³, ополаскивая чашку 20 см³ воды. Затем приливают 10 см³ ортофосфорной кислоты, 15 см³ раствора азотнокислого серебра и 20 см³ раствора надсернокислого аммония. Смесь слабо кипятят в течение 15—20 мин для полного разрушения избытка надсернокислого аммония (до прекращения выделения мелких пузырьков кислорода).

Окрашенный в фиолетовый цвет раствор быстро охлаждают и титруют марганцовую кислоту 0,0025 моль/дм³ раствором тиосульфата натрия до исчезновения розовой окраски.

2.3.2. *При потенциометрическом титровании раствором соли Мора*

Навеску бронзы в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 250 см³ или платиновую чашку. Растворение навески и окисление марганца проводят так же, как указано в пп. 2.3.1.1 и 2.3.1.2. Горячий раствор, окрашенный в фиолетовый цвет, быстро титруют потенциометрически раствором соли Мора.

2.3.3. *При визуальном титровании раствором соли Мора с фенилантраниловой кислотой*

Растворение навески и окисление марганца проводят, как указано в пп. 2.3.1.1 и 2.3.1.2. Раствор после разложения избытка надсернокислого аммония быстро охлаждают, разбавляют водой до 120—150 дм³ и титруют 0,025 моль/дм³ раствором соли Мора до слабо-розового окрашивания, затем прибавляют 4—5 капель раствора фенилантраниловой кислоты и продолжают титровать до перехода окраски из малиновой в светло-желтую.

2.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора тиосульфата натрия (или соли Мора), израсходованный на титрование, см³;

T — титр раствора тиосульфата натрия (или соли Мора) по марганцу, г/см³;

m — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	d, %	D, %	Массовая доля марганца, %	d, %	D, %
От 0,01 до 0,03	0,003	0,007	От 1,2 до 2,5	0,06	0,1
Св. 0,03 » 0,10	0,006	0,01	Св. 2,5 » 6,0	0,1	0,2
» 0,10 » 0,25	0,01	0,02	» 8,0 » 12,0	0,2	0,5
» 0,25 » 0,50	0,02	0,05	» 12,0 » 16,0	0,3	0,7
» 0,50 » 1,2	0,04	0,1			

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных броиз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных титриметрическим или атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ ПЕРИОДАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного в кислой среде периодатом калия и измерении фиолетовой окраски образовавшегося перманганат-иона.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота борная по ГОСТ 9656, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 60 г борной кислоты растворяют в 1 дм^3 горячей воды и после растворения охлаждают до комнатной температуры.

Смесь кислот; готовят следующим образом: 100 см^3 фтористоводородной кислоты добавляют к 900 см^3 насыщенного раствора борной кислоты и хорошо перемешивают (раствор хранят в полиэтиленовой посуде).

Вода дистиллированная, не содержащая восстанавливающих веществ; готовят следующим образом: к 1 дм^3 воды добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор нагревают до 80 °С, добавляют несколько кристаллов йоднокислого калия и кипятят 5—10 мин, после чего охлаждают.

Йоднокислый калий (периодат калия).

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 50 г/дм^3.

Медь марки М1, М0 или М00 по ГОСТ 859.

Марганец марки Мр00 по ГОСТ 6008.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 0,1 г марганца растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и хорошо перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г марганца.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для бронз с массовой долей олова свыше 0,05 % и массовой долей кремния свыше 0,01 %*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 15 см^3 смеси кислот, 15 см^3 воды, 15 см^3 концентрированной азотной кислоты и 5 см^3 ортофосфорной кислоты. Вначале растворяют без нагревания, а затем нагревают до температуры 80—90 °С, до полного растворения и удаления окислов азота. При массовой доле марганца от 0,01% до 0,2% для анализа используют весь раствор, а при массовой доле марганца свыше 0,2% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки водой. Аликвотную часть раствора (см. табл. 2а) помещают в стакан вместимостью 100 см^3, добавляют указанные объемы азотной и ортофосфорной кислот (см. табл. 2а) и удаляют окислы азота кипячением. Раствор доливают водой до объема 50 см^3, добавляют 0,3 г ионокислого калия, нагревают до кипения и кипятят 5 мин. Затем раствор продолжают нагревать 15—20 мин на водяной бане при 80—90 °С, после чего охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны 540 нм или на спектрофотометре при длине волны 528 нм в кювете длиной 1 см.

Таблица 2а

Массовая доля марганца, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем добавляемой кислоты, см³	
		азотной	ортофосфорной
От 0,01 до 0,2	Весь	—	—
Св. 0,2 » 2,0	10	13	4,5
» 2,0 » 3,0	5	15	5

В качестве раствора сравнения используют часть раствора той же пробы, в которой семивалентный марганец восстанавливают до двухвалентного добавлением по каплям раствора азотистокислого натрия до обесцвечивания.

3.3.2. *Для бронз с массовой долей олова менее 0,05 % и кремния менее 0,01 %*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 30 см³ воды, 15 см³ концентрированной азотной кислоты и 5 см³ ортофосфорной кислоты. Далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. Построение градуировочных графиков

3.3.3.1. Построение градуировочного графика для бронз с массовой долей олова свыше 0,05% и кремния свыше 0,01%.

В девять стаканов вместимостью по 250 см³ помещают по 0,5 г меди, добавляют по 15 см³ смеси кислот, по 15 см³ воды, по 15 см³ концентрированной азотной кислоты, по 5 см³ ортофосфорной кислоты и растворяют без нагревания, а затем при нагревании и удаляют окислы азота кипячением. В восемь стаканов вводят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора марганца, добавляют по 0,3 г йоднокислого калия и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1. По полученным данным оптической плотности строят градуировочный график.

3.3.3.2. Построение градуировочного графика для бронз с массовой долей олова менее 0,05% и кремния менее 0,01%.

В девять стаканов вместимостью по 250 см³ помещают по 0,5 г меди, добавляют по 30 см³ воды, по 15 см³ концентрированной азотной кислоты, по 5 см³ ортофосфорной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.3.3.1.

3.3—3.3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

3.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов анализа, полученных титриметрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

4.1. Сущность метода

Метод основан на потенциометрическом титровании марганца (II) в кислой среде в присутствии фторид-ионов раствором марганцовокислого калия.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр с платиновым и каломельным электродами.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:9.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Смесь кислот; готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 10873, раствор 100 г/дм^3.

Натрий фтористый.

Марганец по ГОСТ 6008 с массовой долей марганца не менее 99,9%.

Стандартный раствор марганца; готовят следующим образом: 1 г марганца растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до удаления окислов азота.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г марганца.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,02 моль/дм^3, готовят из фиксанала или 3,27 г марганцовокислого калия растворяют в 1000 см^3 воды; раствор оставляют стоять от 10 до 15 дней, затем фильтруют через асбестовый фильтр в бутыль из темного стекла.

Установка титра раствора марганцовокислого калия.

50 см^3 стандартного раствора марганца помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор упаривают до выделения густого белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь упаривают до выделения густого белого дыма серной кислоты. Остаток растворяют в 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:9, добавляют 10 см^3 раствора сернокислого аммония и доливают водой до объема около 100 см^3. К охлажденному раствору добавляют 5—7 г фтористого натрия и потенциометрически титруют раствором марганцовокислого калия до скачка потенциала. Титр раствора марганцовокислого калия (T), выраженный в граммах марганца на 1 см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса марганца, взятая на титрование, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для бронз с массовой долей кремния до 0,1 %*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10—20 см^3 смеси кислот при нагревании. После растворения добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до появления белого дыма серной кислоты.

Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Осадок растворяют в 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:9, добавляют 10 см^3 раствора сернокислого аммония и доливают водой до объема около 100 см^3. К охлажденному раствору добавляют 5—7 г фтористого натрия и потенциометрически титруют раствором марганцовокислого калия до скачка потенциала.

4.3.2. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,1 %*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см^3 фтористоводородной кислоты при нагревании. После растворения добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток растворяют в 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:9, добавляют 10 см^3 раствора сернокислого аммония и раствор переносят в стакан вместимостью 250 см^3, доливают водой до объема около 100 см^3 и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю марганца (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot T}{m} \cdot 100,$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

T — титр раствора марганцовокислого калия по марганцу, г/см³;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

4.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.3, 4.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами марганца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен—воздух.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для марганца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и растворы 2 моль/дм³ и 1 моль/дм³.

Смесь кислот; готовят следующим образом: один объем концентрированной азотной кислоты смешивают с тремя объемами концентрированной соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Марганец по ГОСТ 6008 с массовой долей марганца не менее 99,9%.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г марганца растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г марганца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г марганца.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Для бронз с массовой долей олова менее 0,05 % и кремния менее 0,01 %.*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 4, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,15% переносят 10 см³ этого раствора в соответствующую мерную колбу (см. табл. 4), добавляют указанный в табл. 4 объем 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию марганца в пламени ацетилен—воздух при длине волны 279,5 или 280,1 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. *Для бронз с массовой долей олова свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 4, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают стенки стакана раствором 1 моль/дм³ соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой. При массовой доле марганца свыше 0,15% переносят 10 см³

этого раствора в соответствующую мерную колбу (см. табл. 4) и доливают до метки 1 моль/дм³ раствором соляной кислоты.

Таблица 4

Массовая доля марганца, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты, см³	Объем раствора после разбавления, см³
От 0,01 до 0,15	1	Весь	—	100
Св. 0,15 » 1,5	1	10	10	100
» 1,5 » 6,0	0,5	10	25	250

Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,01 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 4, помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см³ фтористоводородной кислоты.

После растворения добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают и растворяют в воде при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,15% переносят 10 см³ раствора в соответствующую мерную колбу (см. табл. 4), добавляют указанный в табл. 4 объем 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 5.3.1.

5.3.4. *Построение градуировочного графика*

В одиннадцать из двенадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 см³ стандартного раствора А марганца. Во все колбы добавляют по 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю марганца (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация марганца, найденная по градуировочному графику, см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, содержащаяся в конечном объеме раствора пробы, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим или титриметрическим методами в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.3, 5.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.4—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1533—79

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	3.4.4.1	ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 84—76	2.2	ГОСТ 6008—90	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 6552—80	2.2, 3.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 9656—75	3.2
ГОСТ 859—2001	3.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 1277—75	2.2	ГОСТ 10873—73	2.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 4197—74	3.2	ГОСТ 20478—78	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 4208—72	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4, 4.4.4, 5.4.4
ГОСТ 4217—77	2.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)