

# СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

## Методы определения марганца

Издание официальное



БЗ 7—97/230

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
Минск

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» (ОАО ВИЛС), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 297 «Материалы и полуфабрикаты из легких сплавов»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 1998 г. № 14—98)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства   | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт                                       |
| Республика Армения         | Армгосстандарт                                      |
| Республика Беларусь        | Госстандарт Беларуси                                |
| Республика Казахстан       | Госстандарт Республики Казахстан                    |
| Киргизская Республика      | Киргизстандарт                                      |
| Российская Федерация       | Госстандарт России                                  |
| Республика Таджикистан     | Таджикгосстандарт                                   |
| Туркменистан               | Главная государственная инспекция Туркменистана     |
| Республика Узбекистан      | Узгосстандарт                                       |
| Украина                    | Госстандарт Украины                                 |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 132 межгосударственный стандарт ГОСТ 11739.12—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 11739.12—82

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

## Содержание

|   |   |
|---|---|
| 1 Область применения . . . . .                              | 1 |
| 2 Нормативные ссылки . . . . .                              | 1 |
| 3 Общие требования . . . . .                                | 1 |
| 4 Фотометрический метод определения марганца . . . . .      | 1 |
| 5 Атомно-абсорбционный метод определения марганца . . . . . | 4 |
| Приложение А Библиография . . . . .                         | 7 |

## СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

## Методы определения марганца

Aluminium casting and wrought alloys.  
Methods for determination of manganese

Дата введения 2000—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения марганца при массовой доле от 0,005 до 2,0 %.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 195—77 Натрий сернистоокислый. Технические условия
- ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4038—79 Никель (II) хлорид 6-водный. Технические условия
- ГОСТ 4197—74 Натрий азотиствокислый. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
- ГОСТ 6008—90 Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия
- ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
- ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки
- ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия
- ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

## 3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

3.1.1 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

## 4 Фотометрический метод определения марганца

### 4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе гидроокиси натрия, окислении двухвалентного марганца до семивалентного в кислой среде (с молярной концентрацией кислот более 3,5 моль/дм<sup>3</sup>) йоднокислым калием и измерении оптической плотности раствора при длине волны 525 нм.

## 4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Вода, не содержащая восстановителей: к 1000 см<sup>3</sup> воды приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, перемешивают, доводят до кипения, добавляют несколько кристаллов йоднокислого калия, кипятят в течение 10 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552 плотностью 1,70 г/см<sup>3</sup>.

Натрий сернистоокислый по ГОСТ 195.

Натрий азотистоокислый по ГОСТ 4197, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>. Готовят перед применением.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656, насыщенный раствор: 50 г борной кислоты помещают в коническую колбу вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, приливают 950 см<sup>3</sup> воды, растворяют при умеренном нагревании, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры.

Кислота борофтористоводородная: к 200 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре (20±2) °С добавляют порциями 800 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Калий йоднокислый по [1], раствор 50 г/дм<sup>3</sup>: 25 г йоднокислого калия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 200 см<sup>3</sup> воды, 100 см<sup>3</sup> азотной кислоты, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Адсорбент (мацерированная бумага): 100 г измельченных фильтров («красная лента») помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 300 см<sup>3</sup> горячей воды и перемешивают мешалкой до получения однородной массы.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Марганец металлический по ГОСТ 6008 марки Мн998.

Если поверхность металлического марганца покрыта окисной пленкой, ее очищают. Для этого 2—3 г марганца помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды и 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты. Содержимое стакана перемешивают и через несколько минут, когда поверхность металла станет блестящей, раствор сливают, стружку промывают водой, дважды промывают ацетоном, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 2—3 мин и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: 1 г марганца помещают в высокий стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 45—50 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор кипятят в течение 2—3 мин при слабом нагревании и охлаждают до комнатной температуры. Стекло ополаскивают водой над стаканом, в котором проводили растворение. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Допускается приготовление раствора другим способом: 2,8776 г марганцовокислого калия помещают в высокий стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды и 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты. К раствору добавляют несколько кристаллов сернистоокислого натрия до обесцвечивания раствора, избыток восстановителя удаляют осторожным кипячением в течение 5—6 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г марганца.

Раствор Б: 100 см<sup>3</sup> стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

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

## 4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан из фторопласта или стеклоуглерода вместимостью 100 см<sup>3</sup> и приливают небольшими порциями 40 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. После прекращения бурной реакции стакан нагревают до полного растворения пробы и при умеренном нагревании, избегая разбрызгивания, выпаривают раствор до получения густой сиропо-

образной консистенции. Затем раствор охлаждают, стенки стакана обмывают минимально возможным объемом горячей воды (не более 30 см<sup>3</sup>) и умеренно нагревают. Щелочной раствор охлаждают, осторожно переводят в стеклянный стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, содержащий 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Стенки фторопластового стакана обмывают небольшими порциями горячей воды, присоединяя промывные воды к кислому раствору в стеклянном стакане. Для удаления выделившихся и прилипших к стенкам фторопластового стакана частиц гидроокиси марганца часть испытуемого кислого раствора переливают обратно в стакан, добавляют 2—3 капли раствора азотистокислого натрия и, вращая стакан, ополаскивают раствором стенки. Раствор выливают в стеклянный стакан, фторопластовый обмывают несколькими порциями горячей воды и присоединяют промывные воды к раствору в стеклянном стакане.

4.3.1.1 При массовой доле марганца менее 0,1 % объем раствора доводят водой до 65 см<sup>3</sup> и перемешивают.

4.3.1.2 При массовой доле марганца более 0,1 % раствор переводят в мерную колбу в соответствии с таблицей 1, охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.1.3 Аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают серную и азотную кислоты в объемах, указанных в таблице 1, воду до объема 65 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Таблица 1

| Массовая доля марганца, % | Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup> | Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup> | Объем раствора серной кислоты, см <sup>3</sup> | Объем азотной кислоты, см <sup>3</sup> | Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г |
|---------------------------|---|--|--|--|--|
| От 0,005 до 0,1 включ.    | —   | Весь раствор                                     | —  | —                                      | 1  |
| Св. 0,1 » 0,4 »           | 100                                       | 25   | 10   | 5                                      | 0,25   |
| » 0,4 » 1,0 »             | 250                                       | 25   | 15   | 5                                      | 0,10   |
| » 1,0 » 2,0 »             | 250                                       | 10   | 15   | 5                                      | 0,04   |

4.3.1.4 Одновременно с анализом пробы проводят контрольный опыт: в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают 8—10 см<sup>3</sup> воды, 8 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, воду до объема 65 см<sup>3</sup> и перемешивают.

4.3.2 При массовой доле марганца менее 0,1 %, а кремния более 10,0 % навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 2 см<sup>3</sup> раствора борофтористоводородной кислоты и умеренно нагревают до растворения пробы.

Раствор кипятят 2—3 мин для удаления окислов азота, доливают горячей водой до объема 50 см<sup>3</sup>, добавляют немного адсорбента и нагревают 2—3 мин. Затем фильтруют через плотный фильтр («синяя лента»), фильтр с осадком 2—3 раза промывают горячей водой и собирают фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, не допуская воспламенения, и прокалывают при температуре 500—600 °С. После охлаждения приливают 5—10 капель серной кислоты, 5—10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, по каплям азотную кислоту (приблизительно 1 см<sup>3</sup>) до получения прозрачного раствора.

Раствор выпаривают досуха, охлаждают, приливают к сухому остатку в тигле 10 см<sup>3</sup> горячей воды, добавляют 3—5 капель серной кислоты и нагревают до растворения остатка. После охлаждения раствор присоединяют к основному раствору (при необходимости фильтруют). Основной раствор выпаривают до объема 65 см<sup>3</sup>.

Одновременно с анализом пробы по 4.3.1.3 проводят контрольный опыт со всеми реактивами, используемыми в ходе анализа.

4.3.3 К растворам пробы и контрольного опыта, приготовленным по 4.3.1.1—4.3.1.4, 4.3.2, приливают по 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и нагревают почти до кипения (до температуры 90—95 °С), осторожно приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия и выдерживают при этой температуре до появления характерной малиново-фиолетовой окраски. Растворы нагревают еще в течение 5 мин (или 15—30 мин, если содержание марганца в них менее 0,2 мг), охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая, предварительно промытые водой, не содержащей восстановителей, и доливают этой же водой до метки.

4.3.4 Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 525 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит вода.

Сначала измеряют оптическую плотность окрашенных растворов, затем добавляют по 1—2 капли раствора азотистокислого натрия до обесцвечивания растворов и повторяют измерение. Оптическую плотность раствора пробы  $A_1$  вычисляют по разности этих двух значений.

Аналогичным образом проводят измерение оптической плотности раствора контрольного опыта  $A_2$ .

Оптическую плотность раствора пробы  $A$  вычисляют по формуле

$$A = A_1 - A_2. \quad (1)$$

Массу марганца определяют по градуировочному графику.

#### 4.3.5 Построение градуировочного графика

##### 4.3.5.1 При массовой доле марганца от 0,005 до 2,0 %

В семь конических колб вместимостью 250 см<sup>3</sup> каждая отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002 г марганца, приливают по 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, по 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, воду до объема 65 см<sup>3</sup>, добавляют по 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и продолжают по 4.3.3, 4.3.4.

##### 4.3.5.2 При массовой доле марганца менее 0,1 % и кремния более 10,0 %

В семь конических колб вместимостью 250 см<sup>3</sup> каждая отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 10,0; 15,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,001; 0,0015 г марганца, приливают по 8 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, по 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и по 2 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты, воду до объема 65 см<sup>3</sup>, добавляют по 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и продолжают по 4.3.3, 4.3.4.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам марганца строят градуировочный график.

#### 4.4 Обработка результатов

##### 4.4.1 Массовую долю марганца $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $m$  — масса марганца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески пробы или масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

##### 4.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

| Массовая доля марганца   | Абсолютное допускаемое расхождение   |                     |
|--------------------------|--------------------------------------|---------------------|
|                          | результатов параллельных определений | результатов анализа |
| От 0,005 до 0,010 включ. | 0,001                                | 0,002               |
| Св. 0,010 » 0,025 »      | 0,002                                | 0,003               |
| » 0,025 » 0,050 »        | 0,005                                | 0,007               |
| » 0,050 » 0,100 »        | 0,007                                | 0,010               |
| » 0,10 » 0,25 »          | 0,01                                 | 0,02                |
| » 0,25 » 0,50 »          | 0,02                                 | 0,03                |
| » 0,50 » 1,00 »          | 0,04                                 | 0,06                |
| » 1,00 » 2,00 »          | 0,06                                 | 0,08                |

## 5 Атомно-абсорбционный метод определения марганца

### 5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода и измерении атомной абсорбции марганца при длине волны 279,5 нм в пламени ацетилен-воздух.

### 5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для марганца.

Печь муфельная.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 1:99.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Никель (II) хлорид по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм<sup>3</sup>: 10 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора хлорида никеля (II), небольшими порциями 350 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании.

В раствор добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят его в течение 3—5 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Марганец металлический по ГОСТ 6008 марки Мн998.

Если поверхность металла покрыта окисной пленкой, то ее очищают, как указано в 4.2.

Стандартные растворы марганца.

Раствор А: 0,4 г марганца помещают в высокий стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0004 г марганца.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,00004 г марганца.

### 5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> воды и осторожно, небольшими порциями 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1. Колбу нагревают до растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3—5 мин.

5.3.1.1 Прозрачный раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.1.2 Если остается осадок, указывающий на наличие кремния, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> через фильтр средней плотности («белая лента»), осадок промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 5—10 см<sup>3</sup> и собирают фильтрат в ту же колбу (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3—5 мин. После охлаждения добавляют в тигель пять капель серной кислоты, 5—10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (приблизительно 1 см<sup>3</sup>) до получения прозрачного раствора.

Раствор выпаривают досуха, охлаждают, приливают к сухому остатку в тигле 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют его при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, при необходимости фильтруют через маленький плотный фильтр («синяя лента»), присоединяя его к основному раствору в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.2 В зависимости от массовой доли марганца аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью в соответствии с таблицей 3, приливают раствор соляной кислоты 1:1 (см. таблицу 3), доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

| Массовая доля марганца, % | Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup> | Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup> | Объем раствора соляной кислоты 1:1, см <sup>3</sup> | Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г |
|---------------------------|--|---|---|--|
| От 0,005 до 0,05 включ.   | Весь раствор                                     | 100                                       | —   | 1,0  |
| Св. 0,05 » 0,2 »          | 25   | 100                                       | 5   | 0,25   |
| » 0,2 » 2,0 »             | 10   | 250                                       | 25  | 0,10   |



5.3.3 Раствор контрольного опыта готовят по 5.3.1 и 5.3.2, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

#### 5.3.4 Построение градуировочного графика

##### 5.3.4.1 При массовой доле марганца от 0,005 до 0,05 %

В восемь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая приливают по 50 см<sup>3</sup> раствора алюминия, по 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, в семь из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00004; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006 г марганца, доливают водой до метки и перемешивают.

##### 5.3.4.2 При массовой доле марганца от 0,05 до 0,2 %

В шесть мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая приливают по 12,5 см<sup>3</sup> раствора алюминия, по 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, в пять из них отмеряют 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0006 г марганца, доливают водой до метки и перемешивают.

##### 5.3.4.3 При массовой доле марганца от 0,2 до 2,0 %

В восемь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая приливают по 2,0 см<sup>3</sup> раствора алюминия, по 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, в семь из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00004; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0006; 0,0008 г марганца, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.5 Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в окислительное пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию марганца при длине волны 279,5 нм.

5.3.6 По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям марганца строят градуировочный график в координатах: «Значение атомной абсорбции — массовая концентрация марганца, г/см<sup>3</sup>».

Массовую концентрацию марганца в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

#### 5.4 Обработка результатов

##### 5.4.1 Массовую долю марганца $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $C_1$  — массовая концентрация марганца в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация марганца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы или масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

##### 5.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

В процентах

| Массовая доля марганца   | Абсолютное допустимое расхождение    |                     |
|--------------------------|--------------------------------------|---------------------|
|                          | результатов параллельных определений | результатов анализа |
| От 0,005 до 0,010 включ. | 0,002                                | 0,003               |
| Св. 0,010 » 0,025 »      | 0,003                                | 0,004               |
| » 0,025 » 0,050 »        | 0,006                                | 0,008               |
| » 0,050 » 0,100 »        | 0,008                                | 0,010               |
| » 0,10 » 0,25 »          | 0,01                                 | 0,02                |
| » 0,25 » 0,50 »          | 0,02                                 | 0,03                |
| » 0,50 » 1,00 »          | 0,04                                 | 0,06                |
| » 1,00 » 2,00 »          | 0,06                                 | 0,08                |

ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(справочное)

**Библиография**

- [1] ТУ 6-09-02-364—83 Калий йоднокислый (Уральский завод химических реактивов — г. Верхняя Пышма Свердловской обл.)

Ключевые слова: сплавы алюминиевые, методы определения марганца, аппаратура, реактивы, растворы, анализ

---

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *О.Н. Власова*  
Корректор *Р.А. Ментова*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.05.99. Подписано в печать 07.06.99. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90.  
Тираж 389 экз. С2966. Зак. 479.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102