

**ИЗМЕНЕНИЕ N 1 ГОСТ 22536.5-87 "СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ.  
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА"**

Дата введения  
1 января 1990 года

На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначения: (СТ СЭВ 486-88, ИСО 629-82).

Вводная часть. Заменить слова: "фотометрический (при массовой доле марганца 0,05 - 2,0%)" на "фотометрический (при массовой доле марганца 0,005 - 3,0%)";

дополнить абзацем: "Стандарт соответствует СТ СЭВ 486-88 в части фотометрического метода и полностью ИСО 629-82".

Пункт 4.1 изложить в новой редакции:

"4.1. Сущность метода

Метод основан на окислении марганца (II) до марганца (VII) йоднокислым калием или натрием и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 530 - 545 мм".

Пункт 4.2 дополнить абзацами (после девятого): "Кислота хлорная плотностью 1,54 г/см<sup>3</sup> или 1,67 г/см<sup>3</sup> и раствор (1:500).

Натрий йоднокислый по нормативно-технической документации, раствор: 50 г йоднокислого калия или натрия растворяют в 200 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 500 см<sup>3</sup> воды, разбавляют водой до объема 100 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Стандартные растворы марганца дополнить раствором В: "Раствор В: 25 см<sup>3</sup> раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор В готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,000025 г марганца".

Пункт 4.3.1 дополнить абзацем (перед первым): "Определение марганца при массовой доле 0,05 - 2,0% с йоднокислым калием".

Раздел 4.3 дополнить пунктами - 4.3.3 - 4.3.5: "4.3.3. Определение массовой доли марганца 0,005 - 3,0% в присутствии хлорной кислоты.

Навеску пробы массой, установленной в зависимости от содержания марганца, согласно табл. За помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Таблица За

-----Т-----	
Массовая доля марганца, %	Масса навески пробы, г
-----+-----	
От 0,005 до 0,05 включ.	2
Св. 0,05 " 2,0 "	1
" 2,0 " 4,0 "	0,5

Пробу растворяют в 50 см<sup>3</sup> смеси кислот при умеренном нагревании и после растворения добавляют по каплям 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают до небольшого объема, не допуская выделения сернокислых солей. Затем добавляют 20 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и осторожно выпаривают до появления паров хлорной кислоты, после чего выдерживают в этом состоянии в течение 10 мин.

Содержимое стакана охлаждают, разбавляют водой до объема 50 - 60 см<sup>3</sup> и кипятят. При необходимости раствор фильтруют, а фильтр с осадком промывают горячим раствором хлорной кислоты (1:500) и отбрасывают. Раствор или фильтрат охлаждают,

переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают (основной раствор).

В зависимости от массовой доли марганца в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть основного раствора и добавляют смесь кислот и воды в количестве, указанном в табл. 3б.

Таблица 3б

-----Т-----Т-----Т-----			
Массовая доля марганца, %	Аликвотная часть	Объем смеси	Объем воды, см <sup>3</sup>
основного	кислот, см <sup>3</sup>		
раствора, см <sup>3</sup>			
-----+-----+-----+-----			
От 0,005 до 0,5 включ.	40,0	6	10
Св. 0,5 до 1,0 "	20,0	15	20
" 1,0 " 4,0 "	10,0	20	25

Содержимое колбы кипятят, доливают 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия или натрия и продолжают кипятить раствор в течение 2 мин, после чего раствор оставляют на 10 мин при температуре 90 °С. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, предварительно промытую водой, не содержащей восстановителей, доливают этой же водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 535 - 545 нм. Раствором сравнения служит вода. Раствор в колбе обесцвечивают, добавляя несколько капель раствора азотистокислого натрия, затем, промыв кювету этим раствором, определяют его оптическую плотность в этой же кювете. Значение оптической плотности обесцвеченного раствора вычитают из значения оптической плотности раствора пробы.

Одновременно с анализом пробы проводят контрольный опыт. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из оптической плотности раствора пробы.

Массу марганца определяют по градуировочному графику.

4.3.4. Для построения градуировочного графика при массовой доле марганца от 0,005 до 0,05% в семь стаканов вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 2,00 г железа, добавляют по 50 см<sup>3</sup> смеси кислот и осторожно нагревают до растворения железа. Затем растворы окисляют, прибавляя по каплям 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, добавляют по 20 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, выпаривают раствор до появления паров хлорной кислоты, после чего выдерживают в этом состоянии в течение 10 мин.

Затем растворы охлаждают, разбавляют водой до объема 50 - 60 см<sup>3</sup> и кипятят.

В случае необходимости растворы фильтруют, фильтр с осадком промывают горячим раствором хлорной кислоты (1:500). Растворы или фильтрат охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

В семь стаканов вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 40 см<sup>3</sup> полученного раствора железа, отобранного из семи мерных колб, и добавляют 0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует: 0; 0,025; 0,050; 0,125; 0,250; 0,375 и 0,500 мг марганца, растворы разбавляют водой до 60 см<sup>3</sup>, затем добавляют по 5 см<sup>3</sup> смеси кислот, растворы кипятят, добавляют до 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия или натрия и кипятят в течение 2 мин. Растворы оставляют стоять при температуре 90 °С в течение 10 мин, затем охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, предварительно промытые водой, не содержащей восстановителей, доливают этой же водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на спектрофотометре при длине волны 535 - 545 нм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора марганца. По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям марганца строят градуировочный график.

4.3.5. Для построения градуировочного графика при массовой доле марганца свыше 0,05% в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 1,00 г железа и далее поступают, как при приготовлении растворов железа по п. 4.3.4.

Затем в шесть стаканов вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают по 10 см<sup>3</sup> раствора железа и отмеряют 0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 мг марганца, растворы разбавляют водой до объема 35 см<sup>3</sup> и прибавляют по 20 см<sup>3</sup> смеси кислот. Растворы кипятят, добавляют по 10 см<sup>3</sup> раствора йоднокислого калия или натрия и далее поступают, как указано в п. 4.3.4.

Пункт 4.4.2 дополнить словами: "и табл. 3в", дополнить таблицей - 3в:

-----T-----T-----	
Массовая доля марганца, %	Допускаемые расхождения, %
Погрешность	+-----T-----T-----T-----
результатов	двух   двух   трех   результатов
анализа	средних   параллельных   параллельных   анализа
Дельта	определенных   образца и
%	анализа   делений   делений   аттестованного
	выполненных   2   3   значения
	в раз     дельта
	личных
	условия
	ях d
	k

-----+-----+-----+-----+-----	
От 0,005 до 0,01 включ.	{0,0024   0,0030   0,0025   0,0030   0,0016
Св. 0,01 " 0,02 "	{0,003   0,004   0,003   0,004   0,002
" 0,02 " 0,05 "	{0,004   0,005   0,004   0,005   0,003