



МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ * 4159

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

**ФЕРРОМАРГАНЕЦ
И ФЕРРОСИЛИКОМАРГАНЕЦ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА.
ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Первое издание

Цена 3 коп.

Группа В12

УДК 669.15—198:543.257.1:546.711

Per. № ИСО 4159—78

Дескрипторы: ферросплав, ферромарганец, химический анализ, определение содержания, марганец, потенциометрический анализ

1983

№ 9556

КОНТРОЛЬНЫЕ
ЭКЗЕМПЛЯР



ФЕРРОМАРГАНЕЦ
И ФЕРРОСИЛИКОМАРГАНЕЦ

Определение содержания марганца.

Потенциометрический метод

Ferromanganese and ferrosilicomanganese. Determination of manganese content. Potentiometric method

Рег. № ИСО

4159—78

ПРЕДИСЛОВИЕ

Международная организация по стандартизации (ИСО) представляет собой объединение национальных организаций по стандартизации (комитеты — члены ИСО). Разработка международных стандартов осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый комитет-член может принимать участие в работе любого технического комитета по интересующему его вопросу. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются на рассмотрение всем комитетам-членам перед тем, как Совет ИСО утвердит эти проекты в качестве международных стандартов.

Международный стандарт ИСО 4159 был разработан Техническим комитетом ИСО/ТК 132 «Ферросплавы» и представлен комитетам-членам в октябре 1977 г.

Стандарт одобрили следующие комитеты-члены:

Австралия	Канада	Филиппины
Австрия	КНДР	Франция
Англия	Мексика	ФРГ
Болгария	Норвегия	Чехословакия
Индия	Румыния	Швеция
Иран	СССР	Югославия
Испания	США	ЮАР
Италия	Турция	Япония

Комитет-член Польша возражал против принятия данного стандарта по техническим причинам.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий международный стандарт устанавливает потенциометрический метод определения содержания марганца в ферро-марганце и ферросилико-марганце.

Метод применим для сплавов, содержащих от 55 до 95 % по массе марганца.

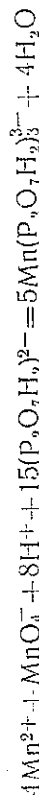
2. ССЫЛКА

ИСО 3713 Ферросплавы. Отбор и подготовка проб. Общие правила.*

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Перевод в раствор навески с помощью соляной, фтористоводородной кислот.

Потенциометрическое определение (см. примечание) содержания марганца с помощью марганцевокислого калия в пиросульфурной среде с контролируемой рН по реакции:



Примечание. Этот метод может быть заменен любым другим электрометрическим методом: амперометрическим и др.

4. РЕАКТИВЫ

- 4.1. Кислота хлорная, $\rho = 1,61$ г/мл**.
- 4.2. Кислота фтористоводородная, $\rho = 1,14$ г/мл.
- 4.3. Кислота соляная, $\rho = 1,19$ г/мл.
- 4.4. Кислота соляная, $\rho = 1,19$ г/мл, разбавленная 1:2
- 4.5. Кислота соляная, $\rho = 1,19$ г/мл, разбавленная 1:4
- 4.6. Пиросульфат натрия, насыщенный раствор.

* На стадии проекта.

** Обратит внимание на опасность, связанную с выделением паров хлорной кислоты.

Растворить 145 г пиррофосфата натрия ($P_2O_7Na_4 \cdot 10H_2O$) в конической колбе вместимостью 2 л в 1 л горячей воды; нагреть до температуры $60^\circ C$, следя за тем, чтобы не превысить эту температуру, до полного растворения соли. Охладить.

Раствор готовить перед использованием.

4.7. Калий марганцовокислый, перекристаллизованный.

50 г марганцовокислого калия чистого для анализа поместить в коническую колбу (5.1) и растворить в 200 мл горячей дистиллированной воды $70-80^\circ C$.

Снабдить колбу дефлегматором (5.2), довести раствор до кипения и кипятить 20 мин. Горячий раствор быстро профильтровать в вакууме через воронку из огнеупорного стекла (5.3).

Охладить фильтрат в холодной воде, энергично помешивая, и дать отстояться мелкому и кристаллическому осадку в течение 10 мин.

Следить раствор, затем с помощью стеклянного шпателя переложить кристаллическую массу в воронку с фильтровальной пластинкой пористостью 4 и поместить в разреженную среду на несколько минут, чтобы удалить наибольшую часть маточного раствора.

Растворить кристаллическую массу в 160 мл дистиллированной воды (на этой стадии опыта применить деионизированную воду) и повторить перекристаллизацию. После фильтрования и разрежения в течение приблизительно 5 мин поместить кристаллическую массу с помощью шпателя на часовое стекло диаметром 150 мм и высушить на воздухе, предохраняя от света и пыли. Когда кристаллическая масса, намазанная шпателем, перестанет слипаться, высушить при температуре $110^\circ C$ в течение 2 ч, затем переложить в сосуд для взвешивания, снабженный пробкой из отшлифованного стекла.

Хранить в темном месте.

Полученная соль содержит 34,76 % марганца по массе.

4.8. Марганцовокислый калий, стандартный раствор, примерно 0,1 н.

4.8.1. Приготовление

Растворить 3,20 г марганцовокислого калия в 1000 мл воды. Дать отстояться в течение 6 сут. Фильтровать на стеклянное воронку или фильтр из огнеупорного стекла, затем перелить в коричневый стакан. Перемешать.

4.8.2. Установка титра

2,5 г перекристаллизованного марганцовокислого калия (4.7), взвешенного с погрешностью до 0,0002 г, поместить в коническую колбу вместимостью 250 мл и действовать в соответствии с 7.3. Рекомендуется проводить установку титра параллельно определению.

Эквивалент (T) раствора марганцовокислого калия (4.8), выраженный в граммах марганца в 1 мл раствора, определяют по формуле

$$T = \frac{m_1 \cdot 34,76}{100 \cdot (V_1 - V_0)} \cdot \frac{50}{250} = \frac{0,06952 m_1}{V_1 - V_0}$$

где m_1 — масса перекристаллизованного марганцовокислого калия (4.7), использованная в ходе определения, г;

V_0 — объем раствора марганцовокислого калия (4.8), использованный для контрольного опыта, мл;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия (4.8), использованный для установки титра, мл.

5. ОБОРУДОВАНИЕ

5.1. Коническая колба Эрленмейера с притертой пробкой.

5.2. Дефлегматор со стеклянной притертой пробкой (5.1).

5.3. Фильтрующие тигли или воронки вместимостью 40 мл и пористостью 4.

5.4. Мерная колба вместимостью 250 мл.

5.5. Химический стакан вместимостью 600 мл.

5.6. Коническая колба вместимостью 250 мл.

5.7. Чашка вместимостью 250 мл или химический стакан из тефлона вместимостью 400 мл.

5.8. Магнитная мешалка.

5.9. pH-метр, снабженный электродами из стекла и каломели (хлористой ртути).

5.10. Потенциометр, снабженный электродами из платины и каломели.

6. ПРОБА

Использовать порошок, проходящий сквозь сито с отверстиями размером 160 мм, подготовленный согласно ИСО 3713.

7. ХОД АНАЛИЗА

7.1. Навеска

Брать навеску массой $(1 \pm 0,0002)$ г.

7.2. Контрольный опыт

Проводить контрольный опыт параллельно определению, следуя тому же ходу анализа и используя те же реактивы.

7.3. Определение

7.3.1. Воздействовать на навеску как указано в пп. 7.3.1.1 или 7.3.1.2.

7.3.1.1. Ферромарганец.

Поместить навеску (7.3.1) в коническую колбу (5.6) и воздействовать на нее 20 мл соляной кислоты (4.3) и 0,2 мл фтористоводородной кислоты (4.2), затем прилить 10 мл хлорной кислоты (4.1)*.

Далее действовать в соответствии с п. 7.3.2.

7.3.1.2. Ферросиликомарганец.

Поместить навеску (7.1) в чашку или стакан (5.7). Воздействовать 10 мл соляной кислоты (4.3), прилить 10 мл хлорной кислоты (4.1), затем осторожно прилить примерно 20 мл фтористоводородной кислоты (4.2)*.

Далее действовать в соответствии с п. 7.3.2.

7.3.2. Нагреть сначала осторожно, затем постепенно повышая температуру до образования тяжелых хлорных паров. Продолжать нагревание до образования сиропообразной консистенции и начала осаждения двуокиси марганца. Охладить.

7.3.3. Прилить 20 мл раствора соляной кислоты (4.5). Осторожно нагревать до просветления раствора. Тщательно промыть края сосуда струей из промывалки и нагревать еще в течение нескольких минут. Прилить 100 мл горячей воды и охладить до комнатной температуры. Перелить без фильтрования в мерную колбу (5.4). Тщательно вымыть сосуд, послуживший для реакции с кислотой, охладить и долить до метки. Перемешать раствор.

7.3.4. Отобрать пипеткой 50 мл раствора и поместить в химический стакан (5.5). Разбавить водой до 100 мл. Прилить 250 мл пирогената натрия (4.6). Поместить стакан на магнитную мешалку (5.8) и погрузить магнитный стержень.

7.3.5. Подобрать pH раствора до величины в интервале 6,5—7 с помощью pH-метра (5.9) добавлением раствора соляной кислоты (4.4).

Примечание. При анализе сплавов, содержащих хром, следует сделать выдержку в течение 30 мин после добавления пирогената натрия до начала титрования.

Титровать раствором марганцовокислого калия (4.8), осторожно наливая его. Следить за показаниями потенциометра: конец титрования наступит, когда будет отмечен резкий скачок потенциала минимум в 100 мВ.

Рекомендуется провести второе титрование другой аликвотной части опытного раствора в тех же условиях.

* Окислить раствор азотной кислотой (HNO₃) перед добавлением хлорной кислоты.

8. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание марганца в процентах массы пробы определяют по формуле

$$T(V_2 - V_0) \cdot \frac{250}{50} \cdot \frac{100}{m_0} = \frac{500T(V_2 - V_0)}{m_0},$$

где m_0 — масса навески (7.1), г;

V_0 — объем раствора марганцовокислого калия (4.8), использованный для контрольного опыта, мл;

V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, использованный для определения (3.5), мл;

T — эквивалент по марганцу раствора марганцовокислого калия (4.8), выраженный в граммах марганца соответственно 1 мл раствора.

9. ПОВТОРЯЕМОСТЬ

Опыт показал, что доверительные пределы в 95 % для опытного оператора составляют $\pm 0,20$ %.

10. ОТЧЕТ ОБ АНАЛИЗЕ

В отчете указывают:

- ссылку на примененный метод;
- результаты и форму их выражения;
- все особенности, выявленные в ходе анализа;
- все операции, не предусмотренные настоящим международным стандартом, и операции, считающиеся необязательными.