
**Сталь легированная. Определение
содержания марганца.
Потенциометрический метод и метод
визуального титрования**

*Alloyed steel — Determination of manganese — Potentiometric and
visual titration method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18632:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5577bf53-7a52-4950-b888-49dbdf5413d4/iso-18632-2010>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 18632:2010(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 18632:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5577bf53-7a52-4950-b888-49dbdf5413d4/iso-18632-2010>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2010

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	1
4 Реактивы	2
5 Аппаратура.....	4
6 Отбор образцов и образцы	4
7 Методика	4
8 Выражение результатов	6
9 Протокол испытания.....	7
Приложение А (информативное) Дополнительная информация по международному совместному испытанию	8
Приложение В (информативное) Графическое представление показателей прецизионности.....	10
Библиография.....	11

(standards.iteh.ai)

ISO 18632:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5577bf53-7a52-4950-b888-49dbdf5413d4/iso-18632-2010>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 18632 разработан Техническим комитетом ISO/TC 17, *Сталь*, Подкомитетом SC 1, *Методы определения химического состава*.

[ISO 18632:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5577bf53-7a52-4950-b888-49dbdf5413d4/iso-18632-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5577bf53-7a52-4950-b888-49dbdf5413d4/iso-18632-2010>

Сталь легированная. Определение содержания марганца. Потенциометрический метод и метод визуального титрования

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает потенциометрический метод или метод визуального титрования для определения массовой доли марганца в легированной стали. Метод применим к массовым долям марганца в диапазоне от 2 % до 25 %. Ванадий и церий оказывают влияние на измерение. Если массовая доля церия в образце менее 0,01 % или массовая доля ванадия в образце менее 0,005 %, это влияние незначительно. Если массовая доля церия в образце более 0,01 % или массовая доля ванадия в образце более 0,005 %, необходимо вводить теоретическую поправку.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 648, *Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой*

ISO 1042, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой*

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

ISO 4942, *Сталь и чугуны. Определение содержания ванадия. Спектрофотометрический метод с применением N-ВРНА*

ISO 4947:1986, *Сталь и литейный чугун. Определение содержания ванадия. Метод потенциометрического титрования*

ISO 9647:1989, *Сталь и чугуны. Определение содержания ванадия. Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени*

ISO 14284:1996, *Сталь и чугуны. Отбор и приготовление образцов для определения химического состава*

3 Принцип

Растворяют пробу для анализа в соответствующих кислотах. Добавляют ортофосфорную кислоту. Окисляют марганец до марганца(III) нитратом аммония в среде ортофосфорной кислоты. Проводят визуальное титрование марганца(III) стандартным раствором сульфата железа(III)-аммония, используя N-фенилантраниловую кислоту в качестве индикатора. Альтернативно проводят потенциометрическое титрование стандартным раствором сульфата железа(III)-аммония. Если образец содержит ванадий и церий, массовая доля марганца должна быть скорректирована.

4 Реактивы

Во время анализа используют только реактивы признанного аналитического качества и только воду степени чистоты 2, как указано в ISO 3696.

4.1 Нитрат аммония, NH_4NO_3 .

4.2 Мочевина.

4.3 Ортофосфорная кислота, ρ приблизительно 1,69 г/мл.

4.4 Азотная кислота, ρ приблизительно 1,42 г/мл.

4.5 Соляная кислота, ρ приблизительно 1,19 г/мл.

4.6 Серная кислота, разбавленная 1+3.

4.7 Серная кислота, разбавленная 5+95.

4.8 Раствор N-фенилантраниловой кислоты, $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_4\text{COOH}$, концентрацией приблизительно 2 г/л.

Растворяют 0,20 г N-фенилантраниловой кислоты и 0,20 г карбоната натрия в 100 мл воды и фильтруют.

4.9 Раствор дихромата калия, концентрацией 0,002 50 моль/л.

Взвешивают 0,735 5 г дихромата калия высокой чистоты, который должен быть предварительно высушен при температуре 150 °C в течение по меньшей мере 2 ч и охлажден в эксикаторе. Помещают взвешенную навеску в химический стакан вместимостью 250 мл и растворяют в воде. Количественно переносят раствор в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл, разбавляют до метки водой и перемешивают. standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5577bf53-7a52-4950-b888-49dbdf5413d4/iso-18632-2010

4.10 Стандартный раствор марганца, соответствующий 1,00 г Mn на литр.

Взвешивают с точностью до 0,1 мг 1,000 г чистого металлического марганца [чистота $\geq 99,9\%$ (массовая доля)]. Помещают его в химический стакан вместимостью 250 мл и добавляют 40 мл соляной кислоты (4.5). Накрывают часовым стеклом и осторожно нагревают до полного растворения. Охлаждают и количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 мл этого стандартного раствора содержит 1,00 мг Mn.

4.11 Раствор сульфата железо(III)-аммония, титрованный раствор, концентрацией 0,015 моль/л.

4.11.1 Приготовление раствора.

Растворяют 5,9 г сульфата железо(III)-аммония $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ в 1 000 мл серной кислоты (4.7) и перемешивают.

4.11.2 Установление титра раствора (выполняют непосредственно перед использованием).

4.11.2.1 Метод визуального титрования.

4.11.2.1.1 Титрование.

Переносят три порции по 20,00 мл раствора дихромата калия (4.9) в три конические колбы вместимостью 250 мл.

Добавляют 20 мл серной кислоты (4.6) и 5 мл ортофосфорной кислоты (4.3). Добавляют воду до объема приблизительно 150 мл. Продолжают, как указано в 7.2.2.1.

Рассчитывают среднее трех значений объема раствора сульфата железо(III)-аммония, V_1 . Разность между значениями не должна превышать 0,05 мл.

4.11.2.1.2 Поправка на N-фенилантраниловую кислоту.

Переносят три порции по 5,00 мл раствора дихромата калия (4.9) в три конические колбы вместимостью 250 мл. Добавляют 20 мл серной кислоты (4.6) и 5 мл ортофосфорной кислоты (4.3). Титруют раствором сульфата железо(III)-аммония (4.11.1) до приближения конечной точки титрования¹⁾. Добавляют 2 капли раствора N-фенилантраниловой кислоты (4.8), продолжают титрование до исчезновения фиолетово-красной окраски и записывают добавленный объем. Добавляют еще 5 мл раствора дихромата калия (4.9), титруют раствором сульфата железо(III)-аммония (4.11.1) до достижения конечной точки титрования и снова записывают добавленный объем. Среднее разностей между объемами, израсходованными на два титрования, представляет собой исправленное значение V_0 .

4.11.2.1.3 Расчет.

Соответствующую концентрацию, c , в молях на литр (моль/л), раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11.1) вычисляют по формуле:

$$c = \frac{0,015\,00 \times 20,00}{V_1 - V_0}$$

где

V_1 средний добавленный объем раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11.1), в миллилитрах;

V_0 средний объем раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11.1), добавленный для определения поправки на N-фенилантраниловую кислоту, в миллилитрах.

4.11.2.2 Метод потенциметрического титрования.

4.11.2.2.1 Титрование.

Переносят три порции по 20,00 мл стандартного раствора марганца (4.10) в три конические колбы вместимостью 300 мл. Добавляют 15 мл ортофосфорной кислоты (4.3). Нагревают до тех пор, пока не успокоится поверхность раствора²⁾ и не начнет выделяться белый дым (регулируя температуру от 200 °С до 240 °С). Снимают колбу с нагревателя, сразу же добавляют 2 г нитрата аммония (4.1) и встряхивают коническую колбу для удаления оксида азота. Оксид азота должен быть полностью удален путем продувки через пипетку или добавления от 0,5 г до 1,0 г мочевины (4.2). Выжидают от 1 мин до 2 мин. Охлаждают раствор до температуры 80 °С – 100 °С.

Переносят раствор в химический стакан вместимостью 400 мл. Добавляют 60 мл серной кислоты (4.7) и перемешивают. Доводят объем приблизительно до 150 мл и охлаждают до комнатной температуры.

Продолжают, как указано в 7.2.2.2.

Рассчитывают среднее трех значений объема раствора сульфата железо(III)-аммония, V_2 . Разность между значениями не должна превышать 0,05 мл.

1) Фиолетово-красная окраска раствора бледнеет.

2) Стадия, при которой не наблюдается образования пузырьков на поверхности раствора.

4.11.2.2.2 Расчет.

Соответствующую концентрацию, c_1 , в молях на литр, раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11.1) вычисляют по формуле:

$$c_1 = \frac{1,00 \times 20,00}{54,94 \times V_2}$$

где

V_2 средний объем раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11.1), требуемого для титрования раствора марганца, в миллилитрах;

54,94 молярная масса марганца, в граммах на моль.

5 Аппаратура

Вся мерная стеклянная посуда должна быть класса А согласно ISO 648 или ISO 1042 в зависимости от того, что соответствует. Должна использоваться обычная лабораторная аппаратура, а также установка для потенциометрического титрования, включающая

- a) индикаторный электрод, из светлой платины, который должен поддерживаться в чистоте и отполированном до блеска состоянии, и
- b) электрод сравнения, серебряный/хлорсеребряный, каломельный или ртутно(I) сульфатный электрод.

ПРИМЕЧАНИЕ Также может использоваться окислительно-восстановительный электрод.

6 Отбор образцов и образцы

Выполняют отбор образцов в соответствии с ISO 14284 или соответствующими национальными стандартами на сталь.

7 Методика

7.1 Проба для анализа

Взвешивают от образца с точностью до 0,000 1 г пробу для анализа в соответствии с Таблицей 1.

Таблица 1 — Проба для анализа

Ожидаемая массовая доля марганца %	Масса пробы для анализа г
2 – 5	0,5
5 – 15	0,20
15 – 25	0,10

7.2 Определение

7.2.1 Приготовление испытуемого раствора

Переносят пробу для анализа (7.1) в коническую колбу вместимостью 300 мл. Добавляют 15 мл ортофосфорной кислоты (4.3) [сначала добавляют для некоторых высоколегированных сталей 15 мл *царской водки*, соляной кислоты (4.5) + азотной кислоты (4.4) = 3 + 1] и осторожно нагревают до прекращения бурного выделения газа. Разлагают карбиды, добавляя по каплям азотную кислоту (4.4).

Продолжают нагревание до тех пор, пока не успокоится²⁾ поверхность раствора и не начнет выделяться белый дым (регулируя температуру от 200 °С до 240 °С). Снимают колбу с нагревателя, сразу же добавляют 2 г нитрата аммония (4.1) и встряхивают коническую колбу для удаления оксида азота. Оксид азота должен быть полностью удален путем продувки через пипетку или добавления 0,5 г – 1,0 г мочевины (4.2). Выжидают от 1 мин до 2 мин. Охлаждают раствор до 80 °С – 100 °С.

7.2.2 Титрование

7.2.2.1 Визуальное титрование

Добавляют к испытуемому раствору (7.2.1) 60 мл серной кислоты (4.7) и перемешивают. Доводят объем приблизительно до 150 мл и охлаждают до комнатной температуры.

Титруют испытуемый раствор раствором сульфата железо(III)-аммония (4.11) до приближения конечной точки титрования. Добавляют 2 капли раствора N-фенилантраниловой кислоты (4.8). Продолжают титрование до исчезновения фиолетово-красной окраски раствора. Записывают добавленный объем, V_3 , раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11).

7.2.2.2 Потенциометрическое титрование

Переносят испытуемый раствор (7.2.1) в химический стакан вместимостью 400 мл. Добавляют 60 мл серной кислоты (4.7) и перемешивают. Доводят объем приблизительно до 150 мл и охлаждают до комнатной температуры.

Помещают химический стакан с раствором на магнитную мешалку и включают ее.

Погружают индикаторный электрод и электрод сравнения [5 а) и 5 б)] или окислительно-восстановительный электрод в раствор. Медленно титруют раствором сульфата железо(III)-аммония (4.11) до приближения конечной точки титрования. Продолжают титрование, приливая раствор порциями по 0,05 мл или по одной капле, и записывают добавленный объем и показания прибора при достижении равновесия после прибавления каждой порции. Продолжают титрование до достижения конечной точки. Определяют конечную точку по кривой титрования или путем деления первой производной разности потенциалов на первую производную объема титранта (dE/dV). Записывают объем раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11), V_4 , израсходованный для достижения конечной точки титрования.

7.2.3 Теоретическая поправка на содержание ванадия и церия

Если образцы содержат ванадий и/или церий в массовую долю марганца должна быть внесена следующая теоретическая поправка.

Марганец, процент = ванадий, процент \times 1,08; марганец, процент = церий, процент \times 0,4.

Массовую долю ванадия также можно определить согласно методикам, установленным в ISO 4942, ISO 4947 или ISO 9647, и соответствующую массовую долю необходимо вычесть из неисправленного значения массовой доли марганца.

8 Выражение результатов

8.1 Метод расчета

8.1.1 Визуальное титрование

Массовую долю марганца в образце, w_{Mn} , выраженную в процентах, определяют по формуле:

$$w_{\text{Mn}} = \frac{c \times (V_3 - V_0) \times 54,94}{m_0 \times 1\,000} \times 100 - 1,08 \times w_{\text{V}} - 0,4 \times w_{\text{Ce}}$$

где

- c концентрация раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11), в молях на литр;
- V_0 объем раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11), добавленный для определения поправки на N-фенилантраниловую кислоту, в миллилитрах;
- V_3 объем раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11), требуемый для титрования марганца, ванадия и церия, в миллилитрах;
- m_0 масса пробы для анализа, в граммах;
- 54,94 молярная масса марганца, в граммах на моль;
- w_{V} массовая доля ванадия в образце, выраженная в процентах;
- w_{Ce} массовая доля церия в образце, выраженная в процентах.

8.1.2 Потенциометрическое титрование

Массовую долю марганца в образце, w_{Mn} , выраженную в процентах, определяют по формуле:

$$w_{\text{Mn}} = \frac{c_1 \times V_4 \times 54,94}{m_0 \times 1\,000} \times 100 - 1,08 \times w_{\text{V}} - 0,4 \times w_{\text{Ce}}$$

где

- c_1 концентрация раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11), в молях на литр;
- V_4 объем раствора сульфата железо(III)-аммония (4.11), требуемый для титрования марганца, ванадия и церия, в миллилитрах;
- m_0 масса пробы для анализа, в граммах;
- 54,94 молярная масса марганца, в граммах на моль;
- w_{V} массовая доля ванадия в образце, выраженная в процентах;
- w_{Ce} массовая доля церия в образце, выраженная в процентах.

8.2 Прецизионность

Запланированное изучение этого метода было проведено в 10 лабораториях при 7 уровнях содержания марганца; причем в каждой лаборатории было выполнено по три определения массовой доли марганца для каждого уровня его содержания.