



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**  
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

ГОСТ 6689.6—92

Издание официальное

БЗ 5—92/631

ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

Методы определения марганца  
Nickel, nickel and copper-nickel alloys.  
Methods for the determination of manganese

ГОСТ  
6689.6—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения марганца (при массовой доле марганца от 0,5 до 15%), фотометрический (при массовой доле марганца от 0,001 до 1,5%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,001 до 6%) методы определения марганца в никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

**2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
МАРГАНЦА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного надсерническим аммонием в кислой среде в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора и титрования раствором серноватисто-кислого натрия до обесцвечивания раствора или солью Мора с потенциметрической или визуальной индикацией конца титрования.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Потенциметр рН-340 или другой прибор того же класса точности.

Электрод индикаторный — платиновый электрод ЭТПЛ-01М.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Электрод сравнения — хлорсеребряный электрод ЭВЛ-1М, заполненный насыщенным раствором азотно-кислого калия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

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

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84 и раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота N-фенилантраниловая, раствор 4 г/дм<sup>3</sup>; 0,4 г реактива растворяют в 100 см<sup>3</sup> теплого раствора углекислого натрия, фильтруют и хранят не более 10 дней.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478, раствор 200 г/дм<sup>3</sup> (раствор хранят не более 5 дней).

Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490, 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Соль закиси железа и аммония двойная серно-кислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор 0,005 моль/дм<sup>3</sup>; 19,608 г соли Мора растворяют в 100 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:9) и этой же кислотой разбавляют до 1000 см<sup>3</sup>.

Натрий серноватисто-кислый (тисульфат натрия); 0,0025 моль/дм<sup>3</sup> раствор: 1,3 г серноватисто-кислого натрия растворяют в 1000 см<sup>3</sup> — свежеприготовленной и охлажденной воды. Для стабилизации массовой концентрации к раствору добавляют 0,05 г углекислого натрия. Массовую концентрацию раствора устанавливают по стандартному раствору марганца.

Марганец марки Мр0 или Мр00 по ГОСТ 6008.

Стандартный раствор марганца: 0,1 г марганца растворяют в 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

2.2.1. Установка массовой концентрации раствора соли Мора для потенциометрического титрования: к оттитрованному раствору пробы (п. 2.3.1) прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора марганцово-кислого калия и снова титруют раствором соли Мора до скачка потенциала.

2.2.2. Установка массовой концентрации раствора соли Мора для визуального титрования с фенилантраниловой кислотой: в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), 10 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, 100 см<sup>3</sup> воды и 10 см<sup>3</sup> раствора марганцово-кислого калия. Смесь охлаждают и титруют раствором соли Мора до слабо-розового окрашивания, затем добавляют 4—5 капель раствора фенилантраниловой кис-

лоты и продолжают титрование до перехода малиновой окраски раствора в желтую.

Массовая концентрация раствора соли Мора ( $T$ ) вычисляется по формуле

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

где 0,0005494 — масса марганца, соответствующая 1 см<sup>3</sup> 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора марганцово-кислого калия, г;

$V$  — объем 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора марганцово-кислого калия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

2.2.3. Установка массовой концентрации раствора серноватисто-кислого натрия: 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора марганца помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), 90 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, 15 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и 20 см<sup>3</sup> раствора надсернического аммония. Смесь нагревают до кипения и кипятят до полного разрушения избытка надсернического аммония. Окрашенный в фиолетовый цвет раствор быстро охлаждают и титруют марганцовую кислоту раствором серноватисто-кислого натрия до исчезновения розовой окраски.

Массовая концентрация раствора серноватисто-кислого натрия ( $T$ ) вычисляется по формуле

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

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

$V$  — объем раствора серноватистокислого натрия, затраченный на титрование, см<sup>3</sup>;

### 2.3. Проведение анализа

#### 2.3.1. Для сплавов, содержащих менее 0,1% кремния

Навеску сплава (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании.

Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют воду до объема 50—60 см<sup>3</sup> и нагревают до растворения солей. Затем добавляют 10 мл ортофосфорной кислоты, 15 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 20—25 см<sup>3</sup> раствора надсернического аммония, нагревают до кипения и кипятят до пол-

С. 4 ГОСТ 6689.6—92

ного разрушения избытка надсернистого аммония (что узнают по прекращению выделения пузырьков кислорода).

Таблица 1

Массовая доля марганца, %	Масса навески, г
От 0,5 до 2 включ.	0,5
Св. 2 до 5 »	0,25
» 5 » 10 »	0,125
» 10 » 15 »	0,06

2.3.1.1. Потенциометрическое титрование раствором соли Мора

Горячий раствор, окрашенный в фиолетовый цвет, быстро титруют раствором соли Мора до скачка потенциала при перемешивании раствора магнитной мешалкой.

2.3.1.2. Визуальное титрование раствором соли Мора

Горячий раствор, окрашенный в фиолетовый цвет, быстро охлаждают, разбавляют водой до объема 150 см<sup>3</sup> и титруют раствором соли Мора до слабо-розового окрашивания, затем прибавляют 4—5 капель раствора фенилантраниловой кислоты и продолжают титровать до перехода малиновой окраски в желтую.

2.3.1.3. Титрование раствором серноватистокислого натрия

Горячий раствор, окрашенный в фиолетовый цвет, быстро охлаждают и титруют марганцовую кислоту раствором серноватистокислого натрия до исчезновения розовой окраски.

2.3.2. Для сплавов, содержащих свыше 0,1% кремния

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 2—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Ополаскивают стенки чашки водой, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 30—40 см<sup>3</sup> воды, нагревают для растворения солей, раствор переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и далее анализ проводят, как указано в пп. 2.3.1, 2.3.1.1, 2.3.1.2 и 2.3.1.3.

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 соли Мора или серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование,  $\text{см}^3$ ;

$T$  — массовая концентрация раствора соли Мора или серноватистокислого натрия по марганцу,  $\text{г}/\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Допускаемые расхождения, %	
	$d$	$D$
От 0,001 до 0,003 включ.	0,0007	0,001
Св 0,003 > 0,005 >	0,001	0,001
> 0,005 > 0,01 >	0,002	0,003
> 0,01 > 0,03 >	0,003	0,004
> 0,03 > 0,10 >	0,006	0,008
> 0,10 > 0,25 >	0,010	0,01
> 0,25 > 0,50 >	0,020	0,03
> 0,50 > 1,2 >	0,04	0,06
> 1,2 > 2,5 >	0,06	0,08
> 2,5 > 6,0 >	0,1	0,1
> 6,0 > 12,0 >	0,2	0,3
> 12,0 > 15,0 >	0,3	0,4

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или атомно-абсорбционным методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окраски марганцевой кислоты после окисления двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотозлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

С. 6 ГОСТ 6689.6—92

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4197, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Калий йоднокислый.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,02 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Марганец марки Мр0 или Мр00 по ГОСТ 6008.

Стандартные растворы марганца

Раствор А: 0,1 г марганца растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до удаления оксидов азота. Растворение можно проводить в 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки.

Стандартный раствор А марганца можно также готовить из 0,02 моль/дм<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия: 9,1 см<sup>3</sup> 0,02 моль/дм<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

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

Раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г марганца.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для сплавов, содержащих менее 0,1% кремния и не содержащих хром и вольфрам

Навеску сплава (табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), 10 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и растворяют при нагревании. После охлаждения ополаскивают стенки стакана водой и при массовой доле марганца менее 0,05% используют весь раствор, а при массовой доле свыше 0,05% полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

Таблица 3

Массовая доля марганца, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см <sup>3</sup>	Используемый стандартный раствор марганца
От 0,001 до 0,005 включ.	2	Весь раствор	Б
Св. 0,005 » 0,01 »	1	Весь раствор	Б
» 0,01 » 0,05 »	1	Весь раствор	А
» 0,05 » 0,1 »	1	50	А
» 0,1 » 0,5 »	0,5	20	А
» 0,5 » 1,0 »	0,5	10	А
» 1,0 » 1,5 »	0,5	5	А

Аликвотную часть раствора (см. табл. 3) помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до объема 50 см<sup>3</sup> и добавляют 0,3 г йоднокислого калия. Если для фотометрирования используют весь раствор, то йоднокислый калий добавляют непосредственно в стакан, в котором производилось растворение. Раствор нагревают почти до кипения и выдерживают на водяной бане при 90°C около 20 мин. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 или 5 см (в зависимости от массовой доли марганца) или на спектрофотометре при 528 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

В качестве раствора сравнения используют часть раствора пробы, в которой марганцовую кислоту восстанавливают до двухвалентного марганца добавлением по каплям раствора азотнокислого натрия.

### 3.3.2. Для сплавов, содержащих вольфрам

Навеску сплава (см. табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и раствор упаривают до сиропообразного состояния. Затем добавляют 100 см<sup>3</sup> воды и раствор с осадком вольфрамовой кислоты выдерживают на горячей бане 5—10 мин. Осадок отфильтровывают на двойной плотный фильтр, стакан и осадок промывают 6—8 раз горячей азотной кислотой (1:100), собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Фильтр с осадком выбрасывают, а фильтрат упаривают до объема около 50 см<sup>3</sup>. К раствору добавляют 10 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и 0,3 г йоднокислого калия, нагревают почти до кипения и выдерживают на водяной бане при температуре 90°C в течение 20 мин и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

### 3.3.3. Для сплавов, содержащих свыше 0,1% хрома и кремния

Навеску сплава (см. табл. 3) помещают в платиновую чашку, добавляют 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), 1—2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. К охлажденному раствору добавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и повторяют упаривание до начала выделения белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку добавляют 30 см<sup>3</sup> воды и растворяют при нагревании.



При массовой доле марганца в сплаве менее 0,05% раствор переносят в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, 0,3 г йоднокислого калия и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

В случае анализа сплавов, содержащих хром, оптическую плотность раствора измеряют при 545—565 нм и используют градуировочный график, построенный при этой же длине волны.

#### 3.3.4. Построение градуировочного графика

3.3.4.1. По стандартному раствору марганца, приготовленному из металлического марганца

В стаканы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают последовательно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 и 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А марганца (азотнокислый раствор для проведения анализа по пп. 3.3.1 и 3.3.2 или сернистый раствор для проведения анализа по п. 3.3.3 при определении марганца от 0,001 до 0,01%) или 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б марганца (азотнокислый раствор для анализа по пп. 3.3.1 и 3.3.2 и сернистый раствор для анализа по п. 3.3.3 при массовой доле марганца от 0,01 до 0,5%), добавляют по 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и кипятят до удаления оксидов азота или добавляют по 10 см<sup>3</sup> серной кислоты. К растворам прибавляют по 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, по 0,3 г йоднокислого калия и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1. Для сплавов, содержащих хром, оптическую плотность раствора измеряют при 545—565 нм. При применении стандартного раствора А марганца оптическую плотность растворов градуировочного графика измеряют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 см, а при использовании стандартного раствора Б — 5 см.

3.3.4.2. По стандартному раствору марганца, приготовленному из раствора марганцовокислого калия

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> последовательно помещают: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А марганца или 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б марганца, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано в пп. 3.3.1 и 3.3.4.1.

#### 3.4. Обработка результатов

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

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

где  $m_1$  — масса марганца, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

#### 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

##### 4.1. Сущность метода

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

##### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для марганца.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:100

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и 1 и 2 моль/дм<sup>3</sup> растворы.

Смесь кислот: смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Марганец по ГОСТ 6008.

Стандартный раствор марганца: 0,1 г марганца растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

Никель по ГОСТ 849.

Стандартный раствор никеля: 10 г никеля растворяют при нагревании в 80 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

## 4.3. Проведение анализа

4.3.1. Для сплавов, не содержащих олова, кремния, хрома, вольфрама и титана

Навеску сплава массой (табл. 4) растворяют при нагревании в 10—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,5% 10 см<sup>3</sup> раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Таблица 4

Массовая доля марганца, %	Масса навески, г	Объем стандартного раствора меди или никеля, см <sup>3</sup>
От 0,001 до 0,02 включ.	2	20
Св. 0,02 > 0,05 >	1	10
> 0,05 > 6,0 >	0,1	—

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

4.3.2. Для сплавов с массовой долей олова свыше 0,05%

Навеску сплава (см. табл. 4) растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты. При массовой доле марганца свыше 0,5% 10 см<sup>3</sup> раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты. Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. Для сплавов, содержащих кремний, титан и хром

Навеску сплава (см. табл. 4) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,5% 10 см<sup>3</sup> раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.3.4. Для сплавов, содержащих вольфрам

Навеску сплава (см. табл. 4) растворяют при нагревании в 10—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), затем добавляют 30 см<sup>3</sup> горячей воды, выпавший осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на плотный фильтр и промывают горячей азотной кислотой (1:100). Фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки. При массовой доле марганца свыше 0,5% 10 см<sup>3</sup> раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.3.5. Построение градуировочного графика

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0,2; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора марганца, что соответствует 0,02; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 и 0,6 мг марганца. Во все колбы добавляют по 10 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. При массовой доле марганца менее 0,05% добавляют аликвотные объемы стандартных растворов (см. табл. 4) меди (если медь является основой сплава) или никеля (если никель является основой сплава) и доливают до метки водой. Измеряют атомную абсорбцию марганца, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

#### 4.4. Обработка результатов

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

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

где  $C$  — концентрация марганца, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

4.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или титриметрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИВ. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова,  
Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.6—80

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2.4.3; 3.4.3; 4.4.3
ГОСТ 84—76	2.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 849—70	4.2
ГОСТ 859—78	4.2
ГОСТ 1277—75	2.2
ГОСТ 3118—77	4.2
ГОСТ 4197—74	3.2
ГОСТ 4204—78	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4208—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 6008—90	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 6552—80	2.2; 3.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 20490—75	2.2; 3.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1; 2.4.3; 3.4.3 4.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *В. Н. Прусакова*  
Корректор *Р. Н. Корчагина*

Сдано в наб. 26.06.92. Подл. в печ. 20.08.92. Усл. п. л. 1,0. Усл. кр.-отт. 1,0. Уч.-изд. л. 0,77.  
Тир. 730 экз.

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 123657, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1322