НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНОЛОГИИ ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТЯНОГО АППАРАТОСТРОЕНИЯ
(ВНИИПТхимнефтеаппаратуры)

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
Пенов

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ МАРГАНЦА ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С КОБАЛЬТО-МЕДНЫМ КАТАЛИЗАТОРОМ В УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

РДМ 929-07-93

Срок действия установлен с "I" декабря I992
до "I" декабря I997

Заведующий отделом №29
канд.техн.наук В.Л.Мирочник
Исполнители:
по разработке методики
выполнения измерений
науч.сотрудник Т.Н.Очкова
лаборант У разряда А.Н.Тушинская
по метрологической экспертизе
ведущий инженер-метролог Г.Н.Михайлова

Волгоград I992

gost.e-ecolog.ru

Настоящий аттестат на методику выполнения измерений массовой доли марганца распространяется на углеродистые стали и устанавливает титриметрический метод определения массовой доли марганца в диапазоне от 0,10 до 2,0 %.

Методика предназначена для контроля исходных материалов, технологических процессов и готовой продукции.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 22536.0-87.

I.2. Отбор, подготовку и хранение проб проводят в соответствии с ГОСТ 7565-81.

I.3. Определение массовой доли марганца в углеродистой стали проводят в двух параллельных навесках.

В тех же условиях, что и пробы, проводят не реже одного раза в смену анализ двух навесок стандартного образца материала с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего аттестата на методику определения массовой доли марганца.

Массовая доля марганца в стандартном образце и анализируемой пробе не должна отличаться более чем в два раза. Допускается получать большие количества анализируемого компонента путем употребления разных по величине навесок анализируемого компонента в стандартном образце и пробах, если содержание отличается не более чем в три раза.

Тип стандартного образца для контроля правильности устанавливает начальник химической лаборатории.

I.4. За окончательный результат анализа принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений при выполнении следующих требований к точности результатов:

расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать величин, допускаемых для доверительной вероятности 0,95 расхождений, приведенных в таблице;

воспроизведенная в стандартном образце массовая доля марганца (среднее арифметическое двух параллельных результатов анализа) не должна отличаться от аттестованной более, чем на половину допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения,%
От 0,10 до 020 включ.	0,010
Св 0,20 " 0,40 "	0,020
" 0,40 " I,00 "	0,030
" I,00 " 2,00 "	0,040

I.5. При невыполнении одного из требований,указанных в п.I.4. проводят повторные измерения массовой доли марганца.

Если при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются,результаты анализа признают неверными,измерения прекращают до выявления и устранения причин,вызвавших нарушение нормального хода анализа.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение массовой доли марганца в углеродистой стали основано на окислении двухвалентного марганца до семивалентного надсернокислым аммонием в присутствии кобальто-медного катализатора в сернокислой среде. Образовавшаяся марганцовая кислота фиолетово-красного цвета восстанавливается при титровании сеноватистокислым натрием. Конец титрования определяется по полному обесцвечиванию раствора.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ,ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Приборы мерные лабораторные стеклянные.Бюретки,пипетки по ГОСТ 20292-74.

3.3. Посуда мерная лабораторная стеклянная.Цилиндры,мензурки, колбы по ГОСТ I770-74.

3.4. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.5. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор I:4.

3.6. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.7. Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

3.8. Аммоний надсернокислый(персульфат аммония) по ГОСТ 20478-75, раствор с массовой концентрацией I20 г/дм^3.

3.9. Кобальт азотнокислый, 6- водный по ГОСТ 4528-78.

3.10. Медь сернокислая, 5-водная (медный купорос) по ГОСТ 4165-78.

3.11. Натрий серноватистокислый (тиосульфат) по СТ СЭВ 223-75, раствор с массовой концентрацией 6 г/дм^3.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Смесь кислот: к 800 см^3 воды приливают при перемешивании 200см^3 серной кислоты и 80 см^3 ортофосфорной кислоты, перемешивают и охлаждают.

4.2. Натрий серноватистокислый (тиосульфат) стандартный раствор: 0,6 г серноватистокислого натрия и 0,2 г азотистокислого натрия растворяют в 1000 см^3 воды, перемешивают. массовую концентрацию (Т) раствора тиосульфата натрия устанавливают по стандартному образцу, близкому по химическому составу и содержанию марганца в анализируемой пробе и проведенному через все стадии анализа. Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия (Т), выраженную в граммах марганца на 1 см^3 раствора и вычисляют по формуле:

$$T = \frac{a \cdot m}{V \cdot 100},$$

где a - массовая доля марганца в стандартном образце, %;

m - масса навески стандартного образца, г;

V - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3.

4.3. Кобальто-медный катализатор: 5 г азотнокислого кобальта и 20 г сернокислой меди растворяют отдельно в небольшом количестве воды, после растворения переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой, перемешивают.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску углеродистой стали 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 20 см^3 смеси кислот. По окончании растворения добавляют по каплям азотную кислоту до полного окисления и кипятят до удаления окислов азота.

Добавляют 100 см^3 горячей воды и 1 см^3 кобальто-медного катализатора, нагревают до кипения и прибавляют 40 см^3 персульфата аммония. Раствор нагревают до полного окисления марганца (появление

малиновой окраски) и кипятят 10-15 минут до полного разрушения персульфата аммония.

Раствор охлаждают в проточной воде до комнатной температуры и титруют раствором тиосульфата до исчезновения малиновой окраски.

6. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ГРАФИКОВ

Навески стандартных образцов с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего аттестата, проводят через все стадии анализа.

Градуировочный график строят не менее чем по пяти точкам, равномерно распределяя их по всему диапазону определяемой массовой доли марганца.

Проверку градуировочного графика осуществляют не реже одного раза в смену.

При наличии в лаборатории стандартных образцов в достаточном количестве, градуировочный график можно не строить и расчет результатов вести по методу сравнения со стандартными образцами.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю марганца (X) в процентах находят по градуировочному графику или вычисляют по формуле:

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

где T - массовая концентрация раствора тиосульфата натрия, выраженная в г марганца на 1 см^3 раствора

V - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3

m - масса навески, г

Так как массовая концентрация раствора тиосульфата натрия устанавливается по стандартному образцу, массовую долю марганца (X) в процентах, можно вычислить по формуле:

$$X = \frac{a \cdot V_1}{V_2}, \qquad (2)$$

где a - массовая доля марганца в стандартном образце, %

V_1 - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование навески пробы, см^3

V_2 - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование навески стандартного образца, см^3

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли марганца и обработке результатов анализа могут быть допущены лаборанты 4-5 разрядов согласно единому тарифно-квалификационному справочнику.

9. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ТРУДА

При выполнении измерений массовой доли марганца в углеродистых сталях должны выполняться требования,которые установлены инструкцией по технике безопасности при работе в химической лаборатории,утвержденной главным инженером предприятия.

КОМИТЕТ
Российской Федерации
по машиностроению
125047, Москва,
1-я Тверская-Ямская ул., 1,3
Для телеграмм: А-47
Для телетайпа: ЛУЧ 207279

13.06.96. № 21/2-2-373

на №_____от_____

Руководителям организаций
(По списку)

О снятии ограничения срока действия отраслевых документов по стандартизации

Управление по развитию химического и нефтяного машиностроения утвердило перечни отраслевых стандартов и руководящих технических материалов, с которых снимается ограничение срока действия.

Данное решение продиктовано необходимостью сохранения действующим фонда документов по стандартизации отраслевого уровня, не утративших своей технической актуальности, а также приведения их в соответствие с требованиями ГОСТ1.4-93, который не устанавливает для таких документов ограничения срока действия.

В целях поддержания современного научно-технического уровня документов указанных в перечнях и информирования предприятий о снятии ограничения их срока действия ОБЯЗЫВАЮ:

1. Разработчиков указанных документов (держателей подлинников), по мере необходимости осуществлять их проверку с целью внесения в них изменений, переиздания или отмены в установленном порядке, учитывая при этом современный уровень развития техники, предложения пользователей этими документами и потребителей продукции.

2. Головной организации отрасли по стандартизации АО "НИИхиммаш" представить в вышестоящую организацию по стандартизации информацию о снятии ограничения срока действия с отраслевых стандартов, указанных в перечне;

3. Ведущим организациям по стандартизации в соответствии со своей специализацией информировать предприятия о снятии ограничения срока действия документов, указанных в перечнях.

Приложение. 1. Перечень отраслевых стандартов.
2. Перечень руководящих технических материалов.

Начальник Управления по развитию
химического и нефтяного машиностроения В.Н.Бондарев

Исп. Сарычев С.А.
тел. 209-86-64

Приложение

Перечень нормативно-технических документов, разработанных АООТ "ВНИИПТхимнефтеаппаратуры" и подлежащих снятию ограничения срока действия

ГОСТ I6098-80
ГОСТ I9664-74
ГОСТ 26I82-84
ОСТ 26-5-88
ОСТ 26-2079-89
ОСТ 26-II-03-84
ОСТ 26.260.454-93
ОСТ 26-II-09-85
ОСТ 26-II-I0-93
ОСТ 26-II-II-86
ОСТ 26-II-I4-88
ОСТ 26-I7-0I-83
ОСТ 26-I7-027-88
ОСТ 26-I7-02-83
РД 26-3-86
РД 26-4-87
РД 26-8-87
РТМ 26-9-87
РДМ 26-I5-80
РТМ 26-44-82
РТМ 26-I23-73
РТМ 26-I60-73
РТМ 26-I68-8I
РТМ 26-225-75
РТМ 26-298-78
РТМ 26-303-78
РТМ 26-I7-0I2-83
РТМ 26-362-80
РТМ 26-363-80
РТМ 26-364-80
РТМ 26-365-80
~~РТМ 26-365-80~~
РТМ 26-366-80
РТМ 26-378-8I
РТМ 26-38I-8I
РД 26-02-77-88
РДМУ 26-07-0I-78
РД 26-II-0I-85
РД 26-II-06-86
РД 26-II-I5-87
РТМ 26-I7-034-84
РД 26-I7-048-85
РД 26-I7-049-85
РД 26-I7-05I-85
РД 26-I7-77-87
РД 26-I7-78-87
РД 26-I7-086-88
МИ I400-86
ТУ 26-I7-034-87
ТУ 26-I7-035 87
ТУ 26-I7-037-87
ТУ 26-I7-047-88
ТУ 26-246-83
ТУ 26-37-80
ГОСТ 2642I-85
ОСТ 26-02-I0I5-85
РД РТМ 26-339-79
РТМ 26-02-63-87
ТУ I4-I-9I4-74
ТУ I4-I-2404-78
ТУ I4-I-2405-78
ТУ I4-I-3333-82
ТУ I4-I-4I50-86
ТУ I4-I-4I75-86
ТУ I4-I-4I8I-86
ТУ I4-I-42I2587
ТУ I4-3-I074-82
ТУ 26-0303-I532-84
ТУ 929-45-93
РД 24.200.I3-90
РД 24.200.04-90
РД 24.200.II-90
РД 24.942.02-90
РДМ 929-0I-93
РДМ 929-02-93
РДМ 929-03-93
РДМ 929-04-93
РДМ 929-05-93
РДМ 929-06-93
РДМ 929-07-93
РДМ 929-08-93
РДМ 929-09-93
РДМ 929-I0-93
РДМ 929-II-93
РДМ 929-I2-93
РДМ 929-I3-93
РДМ 929-I4-93
РДМ 929-I5-93
РДМ 929-I6-93
РДМ 929-I7-93
РДМ 929-I8-93
РДМ 929-I9-93
РДМ 929-20-93
РДМ 929-2I-93
РДМ 929-22-93
РДМ 929-23-93

gost.e-ecolog.ru

V — снято ограничение срока действия письмом Управления по развитию химии и нефтехимии №2II/2-3I3 от I3.06.96