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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
А.А.Панов

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ МАРГАНЦА В ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

РДИ 929-06-93

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
инженер-метролог Г.Н.Михайлова

Волгоград I992

gost.e-ecolog.ru

Настоящий стандарт распространяется на легированные стали и устанавливает фотометрический метод определения марганца в диапазоне от 0,12 до 2,0 %.

Методика предназначена для контроля исходных материалов и контроля технологических процессов.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 28473-90.

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

I.3. Определение массовой доли марганца в легированных сталях проводят в двух параллельных навесках. Случайная погрешность взвешивания ±0,0002 г.

В тех 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 материала и стандартного образца, если содержание анализируемого компонента в стандартном образце и в пробах 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 табл.I;

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

Таблица I

Массовая доля марганца,%	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,40	0,02
Св. 0,40 " 0,80	0,03
" 0,80 " 2,00	0,05

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 устанения причин,вызвавших нарушение нормального хода анализа.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение массовой доли марганца в легированной стали следует выполнять фотометрическим методом,который основан на окислении двухвалентного марганца в марганцовую кислоту в кислой среде персульфатом аммония в присутствии катализатора-азотнокислого серебра. При высоком содержании окрашенных ионов хрома,никеля,кобальта,меди,церия четырехвалентного полной компенсации их окраски удается достигнуть путем использования части анализируемого раствора в качестве раствора сравнения, введя в него селенистую кислоту. При этом окраска марганцовой кислоты разрушается.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Фотоэлектроколориметр

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

3.4. Посуда мерная лабораторная. Цилиндры,мензурки,колбы по ГОСТ 1770-74.

3.5. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

3.7. Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80, раствор I:I.

3.8. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.9, Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

3.10. Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор с массовой долей 0,25 %.

3.11. Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478-75, раствор с массовой долей 30 %.

3.12. Кислота селенистая по ГОСТ 11081-75, раствор с массовой долей 2 %.

4. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску легированной стали массой от 0,25 г до 0,5 г, в зависимости от массовой доли марганца (табл.2), помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют одним из способов:

способ I. Навеску растворяют в 40 $см^3$ раствора (I:4)серной кислоты при нагревании. По окончании растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и нагревают до удаления окислов азота;

способ 2. Навеску растворяют в 20 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот при соотношении I:I. По окончании растворения приливают 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:I и, упаривают до паров серной кислоты для освобождения от ионов хлора. Выпавшие соли растворяют при нагревании в 20 $см^3$ воды. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Масса навески стали, г	Аликвотная часть, $см^3$
От 0,1 до 0,80	0,5	20,0
Св 0,8 " 2,00	0,25	20,0

Аликвотную часть раствора 20 $см^3$ помещают в мерную колбу емкостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ ортофосфорной кислоты, слегка взбалтывают и добавляют последовательно 10 $см^3$ раствора азотнокислого серебра и 15 $см^3$ раствора надсернокислого аммония. Раствор нагревают до полного окисления марганца (но не более 30-40 с), дают постоять в теплом месте до полного разрушения надсернокислого аммония, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Затем измеряют оптическую плотность на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале волн 510-550 нм.

Раствором сравнения служит оставшийся раствор пробы с добавлением нескольких капель селенистой кислоты, разрушающей марганцовую окраску раствора.

Толщину слоя кюветы, поглощающей свет, выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

6. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

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 по одному или нескольким стандартным образцам стали.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю марганца (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100,$$

где m_1 - масса марганца в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 - масса марганца в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику;

m - масса навески стали, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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 ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой доли марганца в легированной

стали 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 26-2079-80
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-I7-03э 87
ТУ 26-I7-037-87
ТУ 26-I7-047-88
ТУ 26-246-83
ТУ 26-37-80
ГОСТ 26421-85
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-42I2-87
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 №21/22-373 от 13.06.96