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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Панов

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

РДИ 929-05-93

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 распространяется на легированные и высоколегированные стали и устанавливает титриметрический метод определения марганца в диапазоне от 0,05 до 40 %.

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 и высоколегированных сталях проводят в двухб параллельных навесках. Случайная погрешность взвешивания ± 0,0002 г.

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 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 таблице 1;

- 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 таблице 1.

Таблица I

Массовая доля марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
от 0,05 до 0,15	0,01
св.0,15 " 0,40	0,02
" 0,40 " 0,80	0,03
" 0,80 " 2,00	0,05
" 2,00 " 5,00	0,08
" 5,00 " 10,00	0,10
" 10,00" 20,00	0,20
" 20,00" 40,00	0,30

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 легированных и высоколегированных сталях следует выполнять титриметрическим методом,с предварительным отделением хрома и большинства элементов водной суспензией окиси цинка. Титриметрический метод основан на окислении двухвалентного марганца в сернокислом растворе до семивалентного надсернокислым аммонием в присутствии азотнокислого серебра. Образовавшаяся марганцовая кислота,окрашивающая раствор в характерный фиолетово-красный цвет,восстанавливается сернистокислым натрием.

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 соляная по ГОСТ 3118-77, раствор I:I.

3.8. Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

3.9. Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор с массовой доле 0,5 %.

3.10. Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478-75, раствор с массовой долей 20 %.

3.11. Окись цинка по ГОСТ 10262-73.

3.12. Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068-86, титрованный раствор.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Смесь кислот готовят следующим образом: к 845 $см^3$ воды приливают при перемешивании 120 $см^3$ серной кислоты, 15 $см^3$ азотной кислоты, 20 $см^3$ ортофосфорной кислоты, перемешивают и охлаждают.

4.2. Окись цинка (суспензия) готовят следующим образом: 20-25 г окиси цинка помещают в стакан и приливают 150-200 $см^3$ воды. Перед употреблением смесь хорошо перемешивают стеклянной палочкой для придания ей однородной консистенции.

4.3. Натрий серноватистокислый (тиосульфат) титрованный раствор готовят следующим образом: 0,6 г серноватистокислого натрия и 0,2 г азотистокислого натрия растворяют в 100 $см^3$ воды, переводят в мерную колбу вместимостью I л, доводят до метки водой и перемешивают.

Титр раствора тиосульфата натрия устанавливают по стандартному образцу, близкому по химическому составу и содержанию марганца к анализируемой пробе и проведенному через все стадии анализа.

Титр раствора тиосульфата натрия (Т), выраженный в граммах, вычисляют по формуле:

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

где C – массовая доля марганца в стандартном образце, %;

m – масса навески стандартного образца, г;

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

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску легированной стали массой от 0,25 г до I,0 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 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:4, и растворяют при нагревании. По окончании растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и кипятят до удаления окислов азота;

способ 2. Навеску растворяют в 5 $см^3$ азотной кислоты плотностью I,40 $г/см^3$ и I5 $см^3$ соляной кислоты плотностью I,I9 $г/см^3$, после растворения приливают I0 $см^3$ серной кислоты плотностью I,82 $г/см^3$ и дважды выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. После растворения навески и полного удаления ионов хлора содержимое колбы переводят количественно в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, по каплям добавляют аммиак водный для нейтрализации избытка кислоты, но не до выпадения гидроокисей и небольшими порциями приливают суспензию окиси цинка до появления её нерастворяющегося избытка на дне колбы в виде осадка. Содержимое колбы разбавляют водой (но не до метки), хорошо перемешивают, охлаждают, затем доводят до метки водой и вновь перемешивают. После отстаивания и просветления часть раствора отфильтровывают через фильтр "красная лента", первые порции отбрасывают.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Масса навески стали, г	Аликвотная часть, г
От 0,05 до 0,5	I,0	50
Св.0,5 " 5,0	0,5	50
" 5,0 " 40	0,25	25

Аликвотную часть раствора, в зависимости от массовой доли марганца (табл.2), помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 25 $см^3$ смеси кислот и кипятят. В горячий раствор приливают 5 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, 30 $см^3$ раствора персульфата аммония, нагревают до кипения и выдерживают в теплом месте до прекращения выделения пузырьков кислорода. Раствор охлаждают до комнатной температуры и титруют раствором серноватистокислого натрия, приливая с постоянной скоростью до перехода окраски титруемого раствора в слаборозовую. После этого титрованный раствор прибавляют по каплям до полного исчезновения розовой окраски.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m}$$

где T – титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в г марганца,

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

m – масса навески, г.

7. 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.

8. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой доли марганца в легированных 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 26-2079-80
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
РДИ 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