

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



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

РДМ 929-06-93

Срок действия установлен с "1" декабря 1992
до "1" декабря 1997

Заведующий отделом №29
канд. техн. наук

Исполнители:

по разработке методики

выполнения измерений

науч. сотрудник

лаборант У разряда

по метрологической экспертизе

инженер-метролог

В. Л. Мирочник

Т. Н. Очкова

А. Н. Тушинская

Г. Н. Михайлова

Волгоград 1992

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.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

1.3. Определение массовой доли марганца в легированных сталях проводят в двух параллельных навесках. Случайная погрешность взвешивания $\pm 0,0002$ 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.

1.4. 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

1.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.1.4, 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 установления 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

- 3.1. 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 1:4.
- 3.7. Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80, раствор 1:1.
- 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 надсернистый (персульфат) по ГОСТ 20473-75, 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 см³ и растворяют одним из способов:

способ 1. Навеску растворяют в 40 см³ раствора (1:4)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 см³ смеси соляной и азотной кислот при соотношении 1:1. По окончании растворения приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1 и, упаривают до паров серной кислоты для освобождения от ионов хлора. Выпавшие соли растворяют при нагревании в 20 см³ воды. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³ помещают в мерную колбу емкостью 100 см³, приливают 5 см³ ортофосфорной кислоты, слегка взбалтывают и добавляют последовательно 10 см³ раствора азотнокислого серебра и 15 см³ раствора надсернистого аммония. Раствор нагревают до полного окисления марганца (но не более 30-40 с), дают постоять в теплом месте до полного разрушения надсернистого аммония, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Затем измеряют оптическую плотность на фотокориметре 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 анализ

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:

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

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 телефона: 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 ГОСТ 1.4-93, 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 ОБЯЗАЮ:

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.
Лг. 208-88-64

Приложение

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

ГОСТ 16098-80	✓ РТМ 26-378-81	ТУ 14-3-1074-82
ГОСТ 19664-74	РТМ 26-381-81	ТУ 26-0303-1532-84
ГОСТ 26182-84	РД 26-02-77-88	ТУ 929-46-93
ОСТ 26-5-88	РДМУ 26-07-01-78	РД 24.200.13-90
ОСТ 26-2079-89	РД 26-11-01-85	РД 24.200.04-90
<i>Снято с учета ис. 1996</i> ← ОСТ 26-11-03-84	РД 26-11-08-86	РД 24.200.11-90
ОСТ 26.260.454-93	РД 26-11-15-87	РД 24.942.02-90
ОСТ 26-11-09-85	РТМ 26-17-034-84	✓ РДМ 929-01-93
ОСТ 26-11-10-93	РД 26-17-048-85	✓ РДМ 929-02-93
ОСТ 26-11-11-86	РД 26-17-049-85	✓ РДМ 929-03-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> ОСТ 26-11-14-88	РД 26-17-051-85	✓ РДМ 929-04-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> ОСТ 26-17-01-83	РД 26-17-77-87	✓ РДМ 929-05-93
ОСТ 26-17-027-88	РД 26-17-78-87	✓ РДМ 929-06-93
ОСТ 26-17-02-83	РД 26-17-086-88	✓ РДМ 929-07-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> РД 26-3-86	М 1400-86	✓ РДМ 929-08-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> РД 26-4-87	ТУ 26-17-034-87	✓ РДМ 929-09-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> РД 26-8-87	ТУ 26-17-035-87	✓ РДМ 929-10-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> РТМ 26-9-87	ТУ 26-17-037-87	✓ РДМ 929-11-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> РДМ 26-15-80	ТУ 26-17-047-88	✓ РДМ 929-12-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> РТМ 26-44-82	ТУ 26-246-83	✓ РДМ 929-13-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> РТМ 26-123-73	ТУ 26-37-80	✓ РДМ 929-14-93
<i>Снято с учета ис. 1996</i> РТМ 26-160-73	ГОСТ 26421-85	✓ РДМ 929-15-93
✓ РТМ 26-168-81	ОСТ 26-02-1015-85	✓ РДМ 929-16-93
РТМ 26-225-75	РД РТМ 26-339-79	✓ РДМ 929-17-93
РТМ 26-298-78	РТМ 26-02-63-87	✓ РДМ 929-18-93
РТМ 26-303-78	ТУ 14-1-914-74	✓ РДМ 929-19-93
РТМ 26-17-012-83	ТУ 14-1-2404-78	✓ РДМ 929-20-93
✓ РТМ 26-362-80	ТУ 14-1-2405-78	✓ РДМ 929-21-93
✓ РТМ 26-363-80	ТУ 14-1-3333-82	✓ РДМ 929-22-93
✓ РТМ 26-364-80	ТУ 14-1-4150-86	✓ РДМ 929-23-93
✓ РТМ 26-365-80	ТУ 14-1-4175-86	
РТМ 26-365-80	ТУ 14-1-4181-86	
✓ РТМ 26-366-80	ТУ 14-1-4212-87	

✓ - снятию ограничения срока действия подлежит
Указание по редакции книг и листов машин № 21/87-373 от 13.06.96