

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 "I" декабря 1992  
до "I" 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

*бичк*  
*Бичк -*  
*бичк -*

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.

## I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.1. 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  $\pm 0,0002$  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.

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

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 достичь 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. Бюretки, пипетки по ГОСТ 20292-74.

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

3.5. Вода дистилированная по ГОСТ 6769-72.

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 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 см<sup>3</sup> и растворяют одним из способов:

способ 1. Навеску растворяют в 40 см<sup>3</sup> раствора (1:4) серной кислоты при нагревании. По окончании растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения всепиления и нагревают до удаления окислов азота;

способ 2. Навеску растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот при соотношении 1:1. По окончании растворения приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1 и, упаривают до паров серной кислоты для освобождения от ионов хлора. Выпавшие соли растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> воды. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Таблица 2

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

Аликвотную часть раствора 20 см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу ёмкостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, слегка взбалтывают и добавляют последовательно 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и 15 см<sup>3</sup> 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 светодиодом, 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:

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

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 аликовотной 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 спрагочнику.

## 9. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой доли марганца в легированной

С тали 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 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 ОБЪЯВЛЯЮ:

1. Разработчиков указанных документов (держателей подлинников), во 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.  
Лт. 200-86-64

## Приложение

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

ГОСТ 16098-80	✓ РТМ 26-378-81	ТУ 14-3-I074-82
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-II-01-85	РД 24.200.04-90
ОСТ 26-II-03-84	РД 26-II-08-86	РД 24.200.II-90
ОСТ 26.260.454-93	РД 26-II-15-87	РД 24.942.02-90
ОСТ 26-II-09-85	РТМ 26-17-034-84	✓ РДМ 929-01-93
ОСТ 26-II-10-93	РД 26-17-048-85	✓ РДМ 929-02-93
ОСТ 26-II-II-86	РД 26-17-049-85	✓ РДМ 929-03-93
ОСТ 26-II-14-88	РД 26-17-051-85	✓ РДМ 929-04-93
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
— РД 26-3-86	Ми 1400-86	✓ РДМ 929-08-93
— РД 26-4-87	ТУ 26-17-034-87	✓ РДМ 929-09-93
— РД 26-8-87	ТУ 26-17-035-87	✓ РДМ 929-10-93
РТМ 26-9-87	ТУ 26-17-037-87	✓ РДМ 929-11-93
РДМ 26-15-80	ТУ 26-17-047-88	✓ РДМ 929-12-93
— РТМ 26-44-82	ТУ 26-246-83	✓ РДМ 929-13-93
— РТМ 26-123-73	ТУ 26-37-80	✓ РДМ 929-14-93
— 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-I-914-74	✓ РДМ 929-19-93
РТМ 26-17-012-83	ТУ 14-I-2404-78	✓ РДМ 929-20-93
✓ РТМ 26-362-80	ТУ 14-I-2405-78	✓ РДМ 929-21-93
✓ РТМ 26-363-80	ТУ 14-I-3333-82	✓ РДМ 929-22-93
✓ РТМ 26-364-80	ТУ 14-I-4150-86	✓ РДМ 929-23-93
✓ РТМ 26-365-80	ТУ 14-I-4175-86	
— РТМ 26-366-80	ТУ 14-I-4181-86	
✓ РТМ 26-366-80	ТУ 14-I-4212-87	

✓ — снятие ограничения сроков действия - исходящий  
Уведомление по результатам хим. и физ. анализов № 211272-373 от 13.06.96