

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



АТТЕСТАТ
на методику выполнения измерений массовой доли марганца
в углеродистых сталях и нелегированной чугуне при
контrole исходных материалов

РДМ 929-04-93

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

Загружающий отделом №29
канд. техн. наук


Б.Л. Мирочник

Исполнители:

по разработке методики
выполнения измерений

науч. сотрудник

лаборант У разряда

по метрологической экспертизе

ведущий инженер-метролог


Т.Н. Очкова

А.Н. Тушинская

Г.Н. Михайлова

Волгоград 1992

Настоящий аттестат распространяется на углеродистые стали и нелегированные чугуны и устанавливает титриметрический метод определение марганца в диапазоне от 0,10 % до 3,0 %.

Методика предназначена для контроля исходных материалов и контроля технологических процессов.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.1. 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 и нелегированном чугуне проводят в двух параллельных навесках.

Случайная погрешность взвешивания $\pm 0,0002$.

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 и 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 0,10 до 0,20	0,010
Св. 0,20 " 0,40	0,020
" 0,40 " 1,00	0,030
" 1,00 " 2,00	0,040
" 2,00 " 3,00	0,050

1.5. При невыполнении одного из требований, указанных в 1.1.4. проводят повторные измерения массовой доли марганца. Если при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признаются неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение массовой доли марганца в углеродистой стали и нелегированном чугуне следует выполнять титрометрическим методом, который 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 серноватистокислым натрием.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

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

3.3. Посуда мерная лабораторная стеклянная, цилиндры, мензурки, колбы по ГОСТ 1770-74.

3.4. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.5. Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

3.6. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.7. Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

3.8. Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор с массовой долей 0,5 %.

3.9. Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478-75, раствор с массовой долей 12 %.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Смесь кислот готовят следующим образом: к 845 см³ воды приливают при перемешивании 120 см³ серной кислоты, 15 см³ азотной кислоты, 20 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают и охлаждают.

4.2. Натрий серноватистокислый (тиосульфат), титрованный раствор готовят следующим образом: 0,6 г серноватистокислого натрия и 0,2 г азотнокислого натрия растворяют в 100 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1 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 (T), 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, см³.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску углеродистой стали или чугуна от 0,2 г до 0,5 г, в зависимости от массовой доли марганца, (табл.2) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 40 см³ смеси при умеренном нагревании. По окончании растворения кипятят 2-3 мин для удаления окислов азота.

При анализе чугуна осадок графита и кремниевой кислоты отфильтровывают и промывают горячей водой, разбавляют водой до 100-130 см³, приливают 5 см³ раствора азотнокислого серебра, 30 см³ раствора персульфата аммония, нагревают до кипения и выдерживают в теплом месте до прекращения выделения пузырьков кислорода. Раствор охлаждают в проточной воде до комнатной температуры и титруют раствором тиосульфата натрия, приливая его с постоянной скоростью до полного исчезновения розовой окраски.

Таблица 2

Массовая доля марганца, %	Масса навески стали, %
От 0,10 до 0,50	0,5
Св. 0,5 " 1,0	0,2
" 1,0 " 3,0	0,1

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, см³;
 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 углеродистой стали и нелегированном чугуне 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)**

**Г о с и я т и и о г р а н и ч е н и я с р о к а
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), 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

B. N. Бондарев

Исп. Сарычев С. А.
Л.р. 200-86-64

Приложение

Перечень нормативно-технических документов,
разработанных АООТ "ВНИПИХимнефтеаппаратуры" 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-11-86	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 - исчисляем
установление по разрешению КИИ и эксп. машин № 2112-2-373 от 13.06.96