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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Панов

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ УГЛЕРОДА КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В УГЛЕРОДИСТОЙ ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ

РОМ 929-23-93

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 углеродистые стали, стали легированные и высоколегированные и устанавливает кулонометрический метод определения углерода в диапазоне от 0,001 % до 0,2 %.

Методика предназначена для контроля исходных материалов и контроля технологических процессов.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 28473-90 и ГОСТ 22536.0-87.

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

I.3. Определение массовой доли углерода в углеродистой, легированной и высоколегированной стали проводят в двух 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 углерода.

Массовая доля углерода в стандартном образце и анализируемой пробе не должна отличаться более чем в два раза.

Тип стандартного образца для контроля правильности устанавливает начальник химической лаборатории.

I.4. За окончательный результат анализа принимается среднеарифметическое 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,

- воспроизведенная в стандартном образце массовая доля углерода (среднеарифметическое двух параллельных результатов анализа) не должна отличаться от аттестованной более, чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Абсолютные допустимые расхождения массовой доли углерода при трех параллельных измерениях

Тип стали	Массовая доля %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Сталь углеродистая и чугун нелегированный.	От 0.01 до 0,02	0,005
	Св.0,02 " 0,08	0,010
	" 0,08 " 0,20	0,020
Стали легированные и высоколегированные.	От 0,002 до 0,005	0,001
	Св.0,005 " 0,008	0,002
	" 0,008 " 0,020	0,004
	" 0,020 " 0,040	0,007
	" 0,040 " 0,1	0,010
	" 0,100 " 0,20	0,015

1.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.1.4, проводят повторные измерения массовой доли углерода. 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 углерода в углеродистой, легированной и высоколегированной стали выполняется кулонометрическим методом, который основан на сжигании навески стали в токе кислорода при 1250–1400 °С с последующим поглощением образующегося углекислого газа раствором электролита (pH 10,5). Изменение pH раствора фиксируют электродной парой pH-метра, автоматически связанного с источником стабилизированного генераторного тока.

Количество электричества, затраченное на генерацию ионов OH^- до первоначального значения pH, пропорционально количеству поглощенного углекислого газа и фиксируется устройством, градуированным в массовых долях углерода.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Экспресс-анализатор углерода АН 160. Схема экспресс-анализатора АН 160 приведена на чертеже

Экспресс-анализатор АН 160 состоит из трубчатой электропечи 1, электролитической ячейки 2, поглотительного раствора 3, стеклянного электрода 4, вспомогательного электрода 5, pH-метра 6, регулятора 7, источника генераторного тока 8, катода 9, анода 10, проницаемой для тока перегородки 11, вспомогательного раствора 12, интегратора тока 13

3.3. Баллон с кислородом по ГОСТ 5583-78, снабженный редукционным вентелем.

3.4. Крючок из низкоуглеродистой жаропрочной проволоки диаметром 18-20 мм, длиной 450 - 900мм, с помощью которого фарфоровые лодочки с пробой помещают в трубку для сжигания и извлекают из нее.

3.5. Трубчатая печь для сжигания навески металла, обеспечивающая необходимую температуру нагрева.

3.6. Фарфоровая трубка по ГОСТ 8620-73, предназначенная для сжигания навески.

3.7. Фарфоровые лодочки по ГОСТ 9147-73 прокаливают в токе кислорода при рабочей температуре и хранят их в эксикаторе.

3.8. Шлиф крышки эксикатора не должен покрываться смазывающим веществом.

3.9. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77 и разбавленная 1:100.

3.10. Стронций хлористый по ГОСТ 4140-74.

3.11. Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207-75.

3.12. Калий хлористый по ГОСТ 4234-77.

3.13. Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199-76.

3.14. Аскарит.

3.15. Эфир для наркоза.

3.16. Ацетон по ГОСТ 2603-79.

3.17. Свинец гранулированный по ТУ 6-09-2523-80

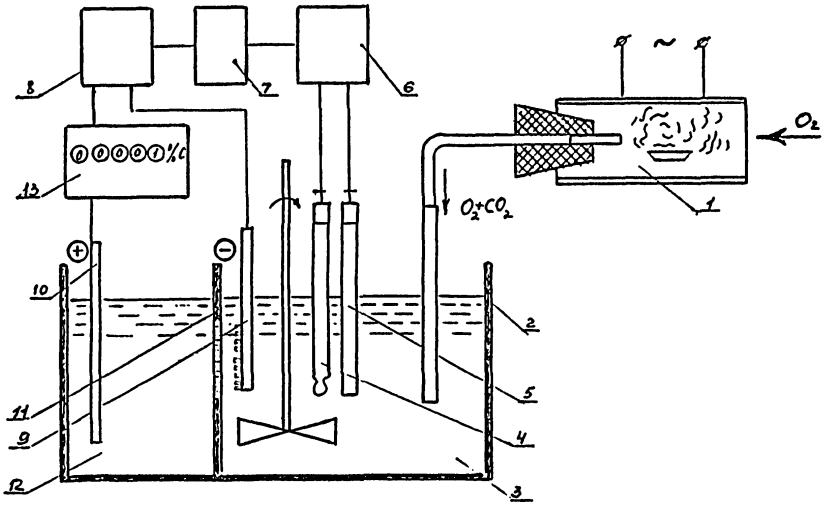
3.18. Марганец двуокись по ГОСТ 4470-79

3.19. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

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

При изменении данной научно-технической документации реактивы, посуда и приборы мерные лабораторные должны удовлетворять требованиям вновь введенной документации.

СХЕМА ЭКСПРЕСС – АНАЛИЗАТОРА СТАЛИ НА УГЛЕРОД



4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ, РЕАКТИВОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Поглотительный раствор: 50 г хлористого калия и 50 г хлористого стронция растворяют в 1000 $см^3$ воды и перемешивают.

4.2. Вспомогательный раствор: 50 г хлористого калия, 50 г железистосинеродистого калия и 1 г тетраборнокислого натрия растворяют в 1000 $см^3$ воды и перемешивают.

4.3. Свинец гранулированный (плавень) готовят следующим образом: гранулы свинца промывают в ацетоне и высушивают, разбивают или раскатывают в тонкие пластины, все поверхности, с которыми соприкасается свинец, обезжиривают, нарезают мелкие отрезки и еще раз промывают в ацетоне, сушат и хранят в банке с притертой пробкой или бюксе .

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Установку (см. рисунок) приводят в рабочее состояние со следующими дополнениями:

При определении углерода в материалах, содержащих серу, для устранения влияния серы в фильтр-поглотитель помещают двуокись марганца. Допускается применение гидропирита.

Проверяют герметичность всего газового тракта и включают прибор. В течение 30 ÷ 40 мин происходит автоматическое приведение величины pH поглотительного раствора к значению 10,5.

В процессе градуировки прибора учитывают показания, полученные в результате проведения контрольного анализа (сжигание в лодочке плавня).

После градуировки прибора по стандартным образцам углеродистых сталей, перед определением содержания углерода в высоколегированных сталях, определяют углерод в стандартных образцах высоколегированных сталей, близких по химическому составу к анализируемым материалам.

Прибор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией.

Навеску стали массой 0,5 г предварительно промытую эфиром и высушенную , помещают в прокаленную лодочку и покрывают равномерным слоем плавня свинца в количестве 1,0 г, лодочку с помощью крючка вводят по направлению движения кислорода в предварительно разогретую до 1250 – 1400 °С в печи фарфоровую трубку и устанавли-

вают в центральной, наиболее накаленной части трубки для сжигания, которую сразу же закрывают затвором.

Нажатием кнопки "сброс" устанавливают показания индикаторного цифрового табло на "нуль". Сжигают навеску металла при 1250-1400 °С.

В процессе сжигания навески металла на цифровом табло осуществляется непрерывный отсчет показаний.

Анализ считают законченным, если цифровые показания табло не изменяются на величину холостого счета прибора.

Параллельно через все стадии анализа проводят не менее трех контрольных анализов. Для этого в прокаленную фарфоровую лодочку помещают 1 г свинца (плавня) и сжигают при рабочей температуре в течение времени, затрачиваемого на сжигание навески анализируемого материала.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю углерода /х/ в процентах вычисляем по формуле:

$$X = \frac{m_1(a - a_1)}{m}$$

где m – масса анализируемой навески, г;

m_1 – масса навески, по которой отградуирован прибор, г;

a – показания цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания навески анализируемого материала, %;

a_1 – среднее арифметическое значений показаний цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания плавня при проведении контрольных анализов, %.

7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли углерода и обработке результатов анализа могут быть допущены лаборанты 4-5 разрядов согласно единому тарифно-квалификационному справочнику.

8. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

8.I. К работе с анализатором АН I60 допускается обслуживающий персонал, изучивший техническое описание и инструкцию по эксплуатации анализатора, изложенную в паспорте, а также действующие правила эксплуатации электроустановок.

8.2. Перед включением в сеть анализатора измерительный блок, датчик и устройство сжигания должны быть заземлены медным проводом сечения 2–3 мм^2 .

8.3. Не допускается попадание масла и других горючих веществ на элементы газового тракта анализатора.

8.4. Корпус поглотителя в блоке газоподготовки, находящийся под давлением, должен быть защищен от случайных ударов.

8.5. Для исключения попадания частиц раствора, выносимых из датчика потоком кислорода в атмосферу лаборатории, выходной конец трубки следует размещать под вытяжкой или подключать к нему склянку Дросселя, заполненную на I/3 водой.

8,6. При работе с кислородными баллонами необходимо строго соблюдать инструкцию по безопасному обращению с газовыми баллонами.

8.7. С органическим растворителем эфиром работать только в вытяжном шкафу вдали от нагревательных приборов во избежание воспламенения.

При постоянном и длительном вдыхании его паров может произойти хроническое отравление.

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 26-2079-89
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-I7-035 87
ТУ 26-I7-037-87
ТУ 26-I7-047-88
ТУ 26-246-83
ТУ 26-37-80
ГОСТ 2642I-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-42I2587
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 №2II/2-3I3 от I3.06.96