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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Панов

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ АЛЮМИНИЯ В УГЛЕРОДИСТОЙ, ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

РДсП 029-19-93

Срок действия установлен с I декабря 1992 г.
до I декабря 1997 г.

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 1992

gost.e-ecolog.ru

Настоящий аттестат распространяется на углеродистые, легированные и высоколегированные стали и устанавливает фотометрический метод определения алюминия в диапазоне от 0,005 до 7,0 %.

Методика предназначена для контроля исходных материалов, технологических процессов и готовой продукции.

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 алюминия в углеродистой, легированной и высоколегированной стали проводят в двух параллельных навесках. Случайная погрешность взвешивания ± 0,0002.

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 алюминия.

Массовая доля алюминия 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 алюминия (среднее арифметическое двух параллельных результатов анализа) не должна отличаться от аттестованной более чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в табл.I.

Таблица I

Тип стали	Массовая доля алюминия %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Сталь углеродистая.	От 0,005 до 0,010	0,004
	Св. 0,010 " 0,025	0,007
	" 0,025 " 0,050	0,010
	" 0,050 " 0,12	0,015
Сталь легированная и высоколегированная.	От 0,01 до 0,02 включ.	0,007
	Св. 0,02 " 0,05 "	0,01
	" 0,05 " 0,10 "	0,02
	" 0,10 " 0,20 "	0,03
	" 0,20 " 0,50 "	0,05
	" 0,50 " 1,00 "	0,10
	" 1,00 " 2,00 "	0,15
	" 2,00 " 5,00 "	0,2
	" 5,00 " 7,00 "	0,3

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.I.4, проводят повторное измерение массовой доли алюминия. Если при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерение прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Измерение массовой доли алюминия в углеродистой, легированной и высоколегированной стали следует выполнять фотометрическим методом, который основан на цветной реакции алюминия с эриохромцианином, окрашивающей раствор в ярко-красный цвет (λ=535 нм) при pH = 6,0. Чувствительность метода составляет 0,0000005 г алюминия в 50 $см^3$ раствора. Интенсивность окрашивания пропорциональна массовой доле алюминия. Мешающее влияние большинства элементов стали устраняют путем переведения алюминия в алюминат с одновременным осаждением гидроокисей мешающих элементов. Вольфрам не мешает в больших количествах. Влияние молибдена и ванадия при их массовой доле в сталях свыше I % устраняют введением такого же количества этих элементов в раствор сравнения.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

3.3. Баня водяная.

3.4. Фильтры обеззоленные белая лента по ТУ 6-09-1678-77.

3.5. Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74.

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

3.7. Полиэтиленовые сосуды, емкостью не менее 300 $см^3$.

3.8. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.9. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, разбавленная 1:1 и 1:25.

3.10. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.11. Натр едкий по ГОСТ 4328-77, раствор с массовой концентрацией 200 $г/дм^3$.

3.12. Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, разбавленный 1:10.

3.13. Метиловый красный по ГОСТ 5853-51, раствор с массовой концентрацией 1 $г/дм^3$ в этиловом спирте по ТУ 6-09-4512-77.

3.14. Эриохромцианин, производство ФРГ, раствор с массовой концентрацией 0,75 $г/дм^3$.

3.15. Кислота уксусная по ГОСТ 61-75.

3.16. Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867-77.

3.17. Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117-78.

3.18. Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77.

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

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Эриохромцианин, раствор с массовой концентрацией 0,75 $г/дм^3$: 0,375 г реактива растворяют в 100 $см^3$ воды, прибавляют 12,5 г хлористого натрия, 12,5 г азотнокислого аммония, 1 $см^3$ азотной кислоты, плотностью 1,4 $г/см^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают.

4.2. Ацетатный буферный раствор: 320 г уксуснокислого аммония растворяют в воде, приливают 5 $см^3$ уксусной кислоты плотностью 1,050 $г/см^3$ переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой, перемешивают. pH буферного раствора от 6 до 6,5.

4.3. Метиловый красный раствор с массовой концентрацией 1 $г/дм^3$: 0,1 г реактива растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску углеродистой, легированной или высоколегированной стали массой от 0,1 до 0,5 г, в зависимости от массовой доли алюминия (табл.2), помещают в стакан вместимостью 250-300 $см^3$ и растворяют в 30 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1 при нагревании.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,005 до 0,2	0,5	5
Св. 0,2 " 0,5	0,25	5
" 0,5 " 1,0	0,1	5
" 1,0 " 5,0	0,1	2

После полного растворения прибавляют по каплям азотную кислоту плотностью 1,40 $г/см^3$ до прекращения вспенивания и упаривают раствор до небольшого объема. Содержимое стакана переносят в полиэтиленовый сосуд, в который предварительно вносят 60 $см^3$ едкого натра, тщательно перемешивают, доливают водой до 200 $см^3$ и помещают в водяную баню, воду в которой нагревают до кипения и выдерживают в течение 30 мин, периодически перемешивая растворы.

Растворы с осадком гидроокисей охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают и переносят в полиэтиленовый сосуд, где проводилось осаждение. Часть раствора отфильтровывают в сухую колбу через фильтр "белая лента", первые порции фильтрата отбрасывают.

Аликвотную часть раствора 2-5 $см^3$ в зависимости от массовой доли алюминия переносят в стакан вместимостью 50 $см^3$, приливают 1-2 капли метилового красного и нейтрализуют по каплям соляной кислотой, разбавленной 1:1, затем раствором аммиака, разбавленным 1:10, и соляной кислотой, разбавленной 1:25, до изменения цвета от одной капли. Содержимое стакана

переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, приливают 5 $см^3$ эриохромцианина, 5 $см^3$ буферного раствора (отбирают только резиновой грушей), доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 530 до 540 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Раствор сравнения готовят следующим образом: в стакан вместимостью 250-300 $см^3$ приливают 30 $см^3$ соляной кислоты разбавленной 1:1 и проводят через все стадии анализа вместе с исследуемым материалом.

Если в стали присутствует ванадий и молибден с массовой долей свыше 1,0 %, то в раствор сравнения вводят такое же количество этих элементов.

6. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ГРАФИКОВ

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 алюминия. Проверку градуировочного графика осуществляют не реже одного раза в смену по одному или нескольким стандартным образцам стали.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю алюминия /X/ в процентах вычисляют по формуле:

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

где m_1 – масса алюминия в аликвотной части анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 – масса алюминия в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, г;

m – масса навески стали, соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, г.

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли алюминия 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 алюминия в углеродистой, легированной и высоколегированной 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 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