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

Директор института

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ МОЛИБДЕНА ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

РДМ 929-17-93

Срок действия установлен с "I"декабря I992
до "I"декабря I997

Заведующий отделом №29
канд.техн.наук В.Л.Мирочник
Исполнитель:
по разработке методики
выполнения измерений Т.Н.Очкова
науч.сотрудник
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 легированные и высоколегированные стали и устанавливает фотометрический метод определения молибдена в диапазоне от 0,050 до 10,0 %.

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.

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

I.3. Определение массовой доли молибдена в углеродистой, легированной и высоколегированной стали проводят в двух параллельных навесках.

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 молибдена.

Массовая доля молибдена в стандартном образце и в 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 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 молибдена (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 молибдена, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
от 0,050 до 0,10	0,02
св 0,10 " 0,25	0,03
" 0,25 " 0,60	0,04
" 0,60 " 1,00	0,05
" 1,00 " 2,00	0,07
" 2,00 " 5,00	0,10
" 5,00 " 10,00	0,20

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.I.4, проводят повторные измерения массовой доли молибдена. 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 молибдена следует выполнять фотометрическим методом, который основан на образовании окрашенного в оранжево-желтый цвет комплексного соединения пятивалентного молибдена с роданистыми солями в сернокислой среде. Восстановление шестивалентного молибдена производится тиомочевиной в присутствии ионов меди в качестве катализатора Трехвалентное железо (в присутствии тиомочевины) восстанавливается до двухвалентного, которое не образует с роданидами окрашенных соединений. Вольфрам до 0,005 г, ванадий до 0,002 г в конечном объеме не мешают определению молибдена. Наличие ванадия свыше 0,002 г компенсируют введением такого же количества в раствор сравнения.

Образующийся комплекс имеет максимум светопоглощения при длине волн от 440 до 470 нм. Чувствительность метода составляет 0,00001 г в 100 $см^3$ раствора. Интенсивность окрашивания пропорциональна массовой доле молибдена.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. Весы лабораторные общего назначения.

3.2. Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

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

3.4. Посуда мерная лабораторня стеклянная. Цилиндры,мензурки, колбы по ГОСТ 1770-74.

3.5. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.6. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:4.

3.7. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.8. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

3.9. Смесь кислот.

3.10. Медь сернокислая по ГОСТ 4165-78, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

3.11. Аммоний лимоннокислый по ГОСТ 9264-79, раствор с массовой концентрацией 300 г/дм^3.

3.12. Тиомочевина по ГОСТ 6344-73, свежеприготовленный раствор, с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

3.13. Калий или аммоний роданистый по ГОСТ 4139-75, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм^3.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРА К АНАЛИЗУ

Смесь кислот готовят следующим образом: 400 см^3 серной кислоты осторожно вливают в 1450 см^3 воды и прибавляют 100 см^3 соляной кислоты.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали массой от 0,1 до 0,2 г в зависимости доли молибдена, (табл.2) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Растворение ведут тремя способами:

Таблица 2

Массовая доля молибдена, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см^3	Кювета, мм
От 0,05 до 0,25	0,2	20	50
Св. 0,25 " 1,00	0,2	10	20
" 1,00 " 5,00	0,1	5,0	20
" 5,00 " 10,00	0,1	2,0	20

Способ I. Навеску слаболегированной стали растворяют в 40 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:4 при нагревании. После полного растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения ополаскивают стенки колбы водой и повторяют выпаривание. Выпаривание следует вести осторожно во избежание выпадания нерастворимых основных солей;

Способ II. Навеску легированной и высоколегированной стали растворяют в 40 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:4 при нагревании. При содержании вольфрама в стали для ускорения прибавляют I0 $см^3$ соляной кислоты плотностью I,I9 $г/см^3$;

Если на дне колбы имеется значительное количество неразложившихся карбидов, раствор выпаривают до паров серной кислоты, охлаждают, осторожно приливают от 20 до 30 $см^3$ воды, растворяют соли при нагревании и только после этого окисляют азотной кислотой, затем врорично нагревают до паров серной кислоты.

Способ III. Стали и сплавы сложного состава растворяют в 30 $см^3$ соляной кислоты и I0 $см^3$ азотной кислоты, после растворения охлаждают, прибавляют в раствор 20 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:I, и выпаривают дважды до паров серной кислоты. Выпаривание следует проводить осторожно, во избежание выпадения труднорастворимых солей хрома.

После окончания растворения, раствор охлаждают, выпавшие соли растворяют в 30-40 $см^3$ воды при нагревании. Охлаждают раствор, переводят в мерную колбу вместимостью I00 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора от 2 до 20 $см^3$ (табл.2), переносят в мерную колбу вместимостью I00 $см^3$, приливают 35 $см^3$ смеси кислот, I $см^3$ раствора сернокислой меди, I0 $см^3$ раствора тиомочевины и выдерживают 5 минут. Приливают 2 $см^3$ раствора роданистого калия (или роданистого аммония), доводят до метки водой, перемешивают. Для полного восстановления железа и развития окраски выдерживают растворы от 45 до 60 минут.

Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 440 до 470 нм, в кювете с толщиной слоя 20 мм относительно раствора сравнения.

В качестве раствора сравнения используют вторую аликвотную часть анализируемого раствора, приготовленную в тех же условиях, без добавления раствора роданистого калия.

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 молибдена.

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

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 – масса молибдена в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

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

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

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли молибдена 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 молибдена в 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