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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
А.М.Пенов

АТТЕСТАТ

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

РДИ 929-15-93

Срок 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, легированные и высоколегированные стали и устанавливает фотометрический метод определения меди в диапазоне от 0,01 до 2 %.

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

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

I.2. Отбор, подготовку и хранение проб проводят в соответствии с ГОСТ 7565-8I.

I.3. Определение массовой доли меди 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 меди.

Массовая доля меди 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 меди (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 меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Сталь углеродистая.	От 0.010 до 0,020	0,005
	Св. 0,020 " 0,050	0,008
	" 0,050 " 0.10	0,010
	" 0,10 " 0,25	0,020
	" 0,25 " 0,50	0,030
Сталь легированная и высоколегированная	От 0,01 до 0,02	0,007
	Св. 0,02 " 0,04	0,010
	" 0,04 " 0,08	0,015
	" 0,08 " 0,20	0,020
	" 0,20 " 0,50	0,040
	" 0,50 " I,00	0,05
	" I,00 " 2,00	0,08

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.I.4, проводят повторные измерения массовой доли меди. 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

Измерения массовой доли меди в углеродистой, легированной и высоколегированной стали следует выполнять фотометрическим методом, который основан на реакции образования внутрикомплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия, окрашенного в желто-коричневый цвет. Развитие окраски происходит в аммиачной среде. Максимум светопоглощения находится при λ = 440 нм. Реакция образования комплекса очень чувствительна и может быть применена для определения следов меди. Интенсивность окрашивания пропорциональна массовой доле меди. Мешающее влияние железа, алюминия устраняют прибавлением лимонной кислоты или ее солей.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы лабораторные общего назначения.

3.2. Фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

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

3.4. Посуда мерная лабораторная 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, разбавленная 1:1.

3.8. Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

3.9. Аммоний лимоннокислый однозамещенный по ТУ 6-09-05-766-89, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм^3.

3.10. Желатина пищевая по ГОСТ 11293-78, раствор свежеприготовленный с массовой концентрацией 5 г/дм^3.

3.11. Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864-71, раствор свежеприготовленный, с массовой концентрацией 1 г/дм^3.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

Диэтилдидиокарбамат натрия, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3 свежеприготовленный: 0,1 г реактива помещают в коническую колбу вместимостью 200 см^3, приливают 100 см^3 аммиака водного, разбавленного 1:1, перемешивают и фильтруют через фильтр " белая лента".

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску углеродистой, легированной или высоколегированной стали массой от 0,5 до 1,0 г, в зависимости от массовой доли меди (табл.2), помещают в коническую колбу вместимостью 200 см^3, и растворяют одним из способов:

способ 1. Навеску углеродистой стали растворяют в 20 см^3 азотной кислоты при нагревании и кипятят до удаления окислов азота;

способ II. Навеску легированной стали растворяют в 50 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:4 при нагревании. После полного растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и кипятят до удаления окислов азота.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	масса навески, г
От 0,0I до 0,25	I,0
Св. 0,25 " 2,00	0,5

Р аствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доливают до метки водой, тщательно перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора I0 $см^3$ в мерную колбу вместимостью I00 $см^3$, приливают 30 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония, 35 $см^3$ раствора аммиака. К охлажденному раствору, приливают I0 $см^3$ раствора желатина, I0 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале от 380 до 450 мм к кювете с толщиной слоя 20 мм.

Раствор для сравнения готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью I00 $см^3$ помещают I0 $см^3$ анализируемого раствора (вторую аликвотную часть), приливают 30 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония, 35 $см^3$ раствора аммиака. К охлажденному раствору приливают I0 $см^3$ раствора желатина, доливают до метки водой и перемешивают.

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 меди. Проверку градуировочного графика осуществляют не реже одного раза в смену.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле:

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

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

m_2 – масса меди 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 меди 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 меди 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