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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Панов

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ТИТАНА В ЛЕГИРОВАННОЙ,ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

РДИ 929-14-93

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.Очнова
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 массовой доли титана в диапазоне от 0,01 до 3,5 %.

Методика предназначена для контроля исходных материалов и контроля технологических процессов.

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 титана в 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 титана.

При этом массовоая доля титана 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 титана (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 титана, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0I до 0,02	0,008
Св.0,02 " 0,05	0,0I
" 0,05 " 0,I0	0,02
" 0,I0 " 0,20	0,03
" 0,20 " 0,50	0,04
" 0,50 " I,0	0,05
" I,0 " 2,0	0,07
" 2,0 " 3,5	0,I

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

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Измерение массовой доли титана в легированной и высоколегированной стали следует выполнять фотоколориметрическим методом, который основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном в кислой среде. Алюминий, марганец, медь, цирконий, кобальт, никель не образуют с диантипирилметаном окрашенных соединений и не мешают определению. Влияние железа, хрома и ванадия устраняют прибавлением аскорбиновой кислоты.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Фотоэлектроколориметр.

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

3.4. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы по ГОСТ I770-74.

3.5. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.6. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор I:4, I:I.

3.7. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.8. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с молярной концентрацией I моль/дм^3.

3.9. Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815-76, раствор с массовой долей 5 %.

3.10. Диантипирилметан по ТУ 6-09-3835-77, раствор с массовой долей 5 %.

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

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.I. Диантипирилметан, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 % : 5 г реактива растворяют в 95 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией I моль/дм^3.

4.2. Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 % : 5 г реактива растворяют в 95 см^3 воды.

При условии хранения вышеуказанных реактивов в холодильнике возможно их применение в течение I0 дней.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали массой от 0,I г до 0,5 г, в зависимости от массовой доли титана (см. табл.2), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют одним из способов:

способ I. Навеску растворяют в 25 см^3 раствора (I:4) серной кислоты при нагревании. По окончании растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Операцию выпаривания повторяют дважды;

способ II. Навеску растворяют в 5 см^3 азотной кислоты плотностью I,40 г/см^3 и I5 см^3 соляной кислоты плотностью I,I9 г/см^3 при нагревании. После полного растворения навески раствор охлаждают, прибавляют I5 см^3 раствора (I:I) серной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты дважды.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Масса навески стали, г
От 0,01 до 0,2	0,5
Св.0,2 " 0,4	0,25
" 0,4 " 3,5	0,1

Содержимое колбы охлаждают, приливают 30 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты и выдерживают от 5 до 7 мин. Затем прибавляют 10 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$ и 5 $см^3$ раствора диантипирилметана. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Через 50 минут измеряют оптическую плотность на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 400 до 450 нм.

Раствором сравнения служит соответствующая аликвотная часть анализируемого раствора с добавлением всех реактивов за исключением раствора диантипирилметана.

Толщину слоя кюветы, поглощающей свет, выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

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 титана.

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

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_2 – масса титана 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 титана 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 титана 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