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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Панов

АТТЕСТАТ

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

РДМ 929-13-93

Срок действия установлен с " I " декабря 1992
до " I " декабря 1997

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 никеля в диапазоне от 0,04 до 25 %.

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

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 28443-90. и ГОСТ 22536.0-87.

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

I.3. Определение массовой доли никеля 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 никеля.

Массовая доля никеля 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 среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений при выполнении следующих требований к точности результатов:

- расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать величин, допускаемой для доверительной вероятности 0,95 расхождений, приведенных в таблице I;

- воспроизведенная в стандартном образце массовая доля никеля (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 , %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Сталь углеродистая.	От 0,040 до 0,080	0,010
	Св. 0,080 " 0,150	0,015
	" 0,150 " 0,300	0,020
	" 0,300 " 0,500	0,030
Стали легированные и высоколегированные	От 0,05 до 0.10	0,01
	Св.0,10 " 0,20	0,02
	" 0,20 " 0,50	0,03
	" 0,50 " 1,00	0,05
	" 1,00 " 2,00	0,06
	" 2,00 " 4,00	0,08
	" 4,00 " 8,00	0,12
	" 8,00 " 15,00	0,18
	" 15,00 " 25,00	0,20

I.5. При невыполнении одного из требований,указанных в п.I.4, проводят повторные измерения массовой доли никеля. 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 никеля в углеродистой,легированной и высоколегированной стали выполняются фотометрическим методом,который основан на образовании окрашенного в коричнево-красный цвет комплексного соединения никеля в щелочной среде. Интенсивность окраски пропорциональна массовой доле никеля и устойчива длительное время. В качестве окислителя применяют надсернокислый аммоний. Мешающее влияние железа,хрома и других элементов устраняют комплексованием их раствором калия-натрия винокислого. Применение спиртового раствора диметилглиоксима повышает чувствительность определения.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. 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 азотная по ГОСТ 4461-77, раствор I:I.

3.7. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор I:I.

3.8. Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845-79, раствор с массовой концентрацией 300 г/дм^3.

3.9. Аммоний надсернокислый по ГОСТ 29478-75,раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3, свежеприготовленный.

3.I0. Натр едкий по ГОСТ 4328-77, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3.

3.II. Диметилглиоксин по ГОСТ 5828-77, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3 в растворе едкого натра с массовой концентрацией 200г/дм^3, или диметилглиоксим ,раствор с массовой концентрацией I00 г/дм^3 в спирте.

3.I2. Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962-67.

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.I. Диметилглиоксим, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3: 200 г едкого натра растворяют в I000 см^3 воды,охлаждают. В охлажденный раствор помещают 5 г диметилглиоксима, перемешивают.

4.2. Диметилглиоксим,раствор с массовой концентрацией I0 г/дм^3: I0 г диметилглиоксима растворяют при помешивании в I000 см^3 этилового ректификованного спирта.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали массой 0,1 г помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют одним из способов:

способ I. Навеску углеродистой или слаболегированной стали растворяют в 10 $см^3$ раствора (1:1) азотной кислоты при нагревании;

способ II. Навеску легированной или высоколегированной стали растворяют в 10 $см^3$ раствора (1:1) соляной кислоты и 10 $см^3$ раствора (1:1) азотной кислоты при нагревании.

По окончании растворения раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100–250 $см^3$, в зависимости от содержания никеля (табл.2), доводят до метки водой и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Объем, $см^3$	Аликвотная часть раствора, $см^3$	Кювета, мм
От 0,04 до 0,10	100	25	50
Св. 0,10 " 1,00	100	10	30
" 1,00 " 5,00	100	5	10
" 5,00 " 10,00	250	5	10
" 10,00 " 25,00	250	2	10

Отбирают аликвотную часть раствора 2–25 $см^3$, в зависимости от содержания никеля (табл.2), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ калия-натрия виннокислого, 5 $см^3$ раствора едкого натра, 5 $см^3$ раствора надсернокислого аммония, 10 $см^3$ раствора диметилглиоксима, доводят до метки водой, перемешивают. С каждой пробой работают отдельно, последовательно прибавляя все реактивы.

Раствор для сравнения готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают вторую аликвотную часть раствора, приливают все реактивы в том же порядке и количестве за исключением диметилглиоксима, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале волн от 460 до 480 нм. Против раствора сравнения.

Толщину слоя кюветы, поглощающей свет, набирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности (табл.2).

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 никеля.

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

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю никеля /X/ в процентах вычисляют по формуле:

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

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

m_2 – масса никеля 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 никеля 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 никеля 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