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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
Р.А.Панов

А Т Т Е С Т А Т

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

РДМ 929-12-93

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.Очкова
лаборант У разряда А.Н.Тушинская

по метрологической экспертизе
вед.инженер-метролог Г.Н.Михайлова

Волгоград I992

gost.e-ecolog.ru

Настоящий аттестат устанавливает фотометрический метод определения массовой доли кремния в диапазоне от 0,01 до 4,0 % и распространяется на легированные и высоколегированные стали.

Методика предназначена для контроля исходных материалов и контроля технологических процессов.

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 28473-90.

1.2. Отбор, подготовку и хранение проб проводят в соответствии с ГОСТ7565-81.

1.3. Определение массовой доли кремния 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 кремния.

При этом массовая доля кремния в стандартном образце и анализируемой пробе не должна отличаться более чем в два раза. Допускается получать более близкие 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.

1.4. 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.1;

- воспроизведенная в стандартном образце массовая доля кремния (среднее арифметическое двух параллельных результатов анализа) не должна отличаться от аттестованной более чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в табл.1.

Таблица I

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,10	0,015
Св.0,10 " 0,20	0,020
" 0,20 " 0,40	0,030
" 0,40 " 1,00	0,050
" 1,00 " 2,50	0,080
" 2,50 " 5,00	0,10

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.I.4, проводят повторные измерения массовой доли кремния. 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 кремния в легированной и высоколегированной стали следует выполнять фотометрическим методом, который основан на образовании окрашенного комплексного соединения кремния с молибденовым аммонием в сернокислой среде с применением в качестве восстановителя двойной сернокислой соли закиси железа-аммония (соли Мора).

Кремнемолибденовая кислота устойчива в широком интервале кислотности. Фосфор, присутствующий в растворе, в виде фосфорной кислоты, даёт аналогичное окрашенное соединение с молибдатом аммония, влияние которого устраняется увеличением кислотности.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. 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 1770-74.

3.5. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3,6. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор 1:3, раствор с массовой долей 1 %.

3.7. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор плотностью 1,11г/см раствор 1:1.

3.8. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, раствор плотностью 1,20г/см

3.9. Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765-78, раствор с массовой долей 5 %.

3.10. Аммоний-железо (II) сернокислый (соль мора) по ГОСТ 4208-72, раствор с массовой долей 4 %.

3.11. Натрий-гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор с массовой долей 20 %.

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

4.1. Аммоний молибденовокислый, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %: 5 г реактива растворяют в 95 $см^3$ воды.

4.2. Аммоний-железо (II) сернокислый, свежеприготовленный раствор с массовой долей 4 %: 40 г реактива растворяют в 500 $см^3$ воды, прибавляют 50 $см^3$ серной кислоты плотностью 1,82 $г/см^3$, доводят объем до 1000 $см^3$ водой и перемешивают.

4.3. Кислота соляная, раствор плотностью 1,11 $г/см^3$: 150 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$ смешивают с 200 $см^3$ воды.

4.4. Кислота азотная, раствор плотностью 1,20 $г/см^3$: 240 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,40 $г/см^3$ смешивают с 340 $см^3$ воды.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали массой от 0,1 до 0,2 г, в зависимости от массовой доли кремния (табл.2), помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в смеси 15 $см^3$ раствора соляной кислоты плотностью 1,11 $г/см^3$ и 5 $см^3$ раствора азотной кислоты плотностью 1,20 $г/см^3$ при умеренном нагревании, не доводя до кипения. По окончании растворения кипятят 2-3 минуты для полного удаления окислов азота. Длительное кипячение недопустимо.

При анализе высоколегированных сталей и сталей с массовой долей кремния более 1,0 %, по окончании растворения содержимое стакана количественно переносят в платиновую чашку, в которую предварительно помещают 20 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, отмеренного полиэтиленовой мензуркой. Щелочную жидкость нагревают до кипения, для полного перехода кремния в растворимое состояние, нейтрализуют избыток щелочи раствором (1:1) соляной кислоты до растворения гидроокисей, прибавляют избыток раствора (1:1) соляной кислоты от 0,5 $см^3$ до 1 $см^3$, переносят в стакан, где проводилось растворение, охлаждают.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть, в зависимости от массовой доли кремния (табл.2), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 20 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 1 %, 10 $см^3$ молибденовокислого аммония и выдерживают 5 минут для развития желтого кремнемолибденового комплекса.

Таблица 2

Массовая доля кремния,%	Масса навески стали, г	Аликвотная часть, $см^3$
От 0,05 до 0,10	0,2	10
Св.0,10	0,1	5

Прибавляют 20 $см^3$ раствора (1:3) серной кислоты и через 2-3 мин доводят до метки раствором соли мора и перемешивают.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 650 нм до 700 нм.

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

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

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 кремния.

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

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 - масса кремния в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

m - масса навески стали, соответствующая фотометрируемой аликвотной части раствора, г.

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли кремния 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 кремния 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