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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Панов

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ХРОМА В СТАЛИ УГЛЕРОДИСТОЙ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

РДМ 929-10-93

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
ведущий инженер-метролог Г.Н.Михайлова

Волгоград I992

gost.e-ecolog.ru

Настоящий аттестат распространяется на сталь углеродистую и устанавливает фотометрический метод определения хрома в диапазоне от 0,01 до 0,5 %.

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

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

I.3. Определение массовой доли хрома в стали углеродистой 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 хрома.

Массовая доля хрома 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 хрома (среднее арифметическое двух параллельных результатов) не должна отличаться от аттестованной более чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в табл.I.

Таблица I

Массовая доля хрома, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,010 до 0,025	0,005
Св. 0,025 " 0,050	0,007
" 0,050 " 0,10	0,010
" 0,10 " 0,20	0,015
" 0,20 " 0,50	0,020

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

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 хрома в стали углеродистой следует выполнять фотометрическим методом,который основан на окислении дифенилкарбазида шестивалентным хромом в сернокислой среде (от 0,2 до 0,5 н.) и измерении интенсивности окраски полученного соединения , окрашенного в красно-фиолетовый цвет (λ= 536 нм). Влияние трехвалентного железа устраняют прибавлением фосфорной кислоты.

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 I770-74.

3.5. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.6. Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

3.7. Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

3.8. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.9. Серебро азотнокислое по ГОСТ I277-75, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3 (хранить в посуде темного стекла).

3.10. Аммоний надсернокислый (персульфат аммония) по ГОСТ 20478-75, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

3.11. Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859-78, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3.

3.12. 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

4.1. Смесь кислот: к 700 см^3 воды осторожно при непрерывном перемешивании приливают 150 см^3 серной кислоты плотностью 1,82 г/см^3, охлаждают, приливают 150 см^3 ортофосфорной кислоты плотностью 1,70 г/см^3.

4.2. Дифенилкарбазид, раствор с массовой долей 1 г/дм^3: 0,1 г реактива растворяют в 10 см^3 этилового спирта и доливают до 100 см^3 водой.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали углеродистой от 0,1 до 0,2 г в зависимости от массовой доли хрома (табл.2), помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют пробу при умеренном нагревании.

Таблица 2

Массовая доля хрома, %	Масса навески, г
От 0,01 до 0,1	0,2
Св. 0,1 " 0,5	0,1

Затем снимают стекло и обмывают его над колбой небольшим количеством воды, приливают азотную кислоту по каплям до прекращения вспенивания раствора и кипятят раствор до удаления окислов азота. При наличии осадка раствор отфильтровывают через ватный тампон, промывают от 5 до 6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в колбу вместимостью 100 см^3, затем прибавляют 1 мл раствора азотнокислого серебра и 10 см^3 раствора надсернокислого аммония. Полученный раствор постепенно нагревают до появления розовой окраски,

после чего кипятят до полного разрушения избытка надсернокислого аммония.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают аликвотную часть раствора 10 $см^3$, приливают 5 $см^3$ раствора дифенилкарбазида и перемешивают, через 10 мин доливают раствор до метки водой, снова перемешивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 530 до 550 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм.

Раствор для контрольного опыта готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ приливают 10 $см^3$ воды, 2 $см^3$ смеси кислот, 5 $см^3$ раствора дифенилкарбазида, 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 хрома.

Проверку градуировочного графика осуществляют не реже одного раза в смену.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_2 – масса хрома 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 хрома и обработке результатов анализа могут быть допущены лаборанты 4-5 разрядов согласно единому тарифно-квалификационному справочнику.

9. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерении массовой доли хрома в стали углеродистой 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