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 ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ

РДМ 929-09-93

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 легированные и высоколегированные стали и устанавливает титриметрический метод определения хрома в диапазоне от 0,5 до 35 %.

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 соответсвии с ГОСТ 7565-8I.

I.3. Определение массовой доли хрома 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 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 анализа) не должна отличаться от аттестованной более,чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в табл. I.

Таблица I

Абсолютные допускаемые расхождения
массовой доли хрома при трех параллельных измерениях

Массовая доля хрома, %	Абсолютные допускаемые расхождения,%
От 0,50 до I,00	0,04
Св I,00 " 2,00	0,05
" 2,00 " 5,00	0,08
" 5,00 " I0,00	0,I2
" I0,00 " 20,00	0,20
" 20,00 " 35,00	0,25

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 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 легированной и высоколегированной стали следует выполнять титриметрическим методом,который основан на окислении трехвалентного хрома надсернокислым аммонием в сернокислой среде в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора. Хромовую кислоту восстанавливают раствором соли двухвалентного железа,избыток которого оттитровывают раствором марганцовокислого калия.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. Весы аналитические с разновесами.

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

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

3.4. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.5. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор I:I,раствор 5:95.

3.6. Кислота соляная по ГОСТ 3II8-77.

3.7. Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

3.8. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.9. Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75,раствор с массовой долей 0,5 % (хранят в посуде из темного стекла).

3.10. Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478-75,раствор с массовой долей 20 %.

3.11. Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77,раствор с массовой долей 5 %

3.12. Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль мора) по ГОСТ 4208-72

3.13. Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75.

3.14. Натрий щавелевокислый,безводный по ГОСТ 5839-77.

4.АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Аммоний надсернокислый (персульфат), свежеприготовленный раствор с массовой долей 20 %: 20 г реактива растворяют в 50 $см^3$ воды.

4.2. Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора), титрованный раствор с массовой долей 4 %: 40 г реактива растворяют в 400-500 $см^3$ серной кислоты,разбавленной 5:95,раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают серной кислотой до метки,перемешивают.

4.3. Смесь кислот: к 800 $см^3$ воды осторожно при непрерывном перемешивании приливают 200 $см^3$ серной кислоты,охлаждают, приливают 80 $см^3$ ортофосфорной кислоты и перемешивают.

4.4. Калий марганцовокислый, титрованный раствор: 3,16 г марганцовокислого калия растворяют в 500 $см^3$ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой, перемешивают и выдерживают 7-10 суток. Раствор хранят в посуде из темного стекла.

Титр раствора перманганата калия устанавливают по безводному щавелевокислому натрию. Для этого 0,1 г безводного щавелевокислого натрия растворяют при нагревании в 50 $см^3$ воды,добавляют 15 $см^3$ серной кислоты, разбавляют 1:1, нагревают до температуры от 70 до 80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски. Для вычисления титра берут среднее арифметическое трех результатов.

Титр раствора марганцовокислого калия(Т),выраженный в граммах хрома, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{0,259 \cdot m}{V},$$

где 0,259 - коэффициент пересчета титра раствора марганцовокислого калия,установленного по щавелевокислому натрию на титр,

выраженный в граммах хрома;

m - масса навески щавелевокислого натрия, г ;

v - объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3.

Титр раствора проверяют по трем навескам стандартного образца стали или чугуна с массовой долей хрома и других элементов, близких к массовой доле их в испытуемом образце.

Соотношение объемов растворов соли Мора и марганцовокислого калия (К) устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 100 см^3 наливают из бюретки 10 см^3 раствора соли Мора и титруют раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой (в течение 2-3 мин) слаборозовой окраски. Соотношение объемов растворов (К) вычисляют по формуле:

$$K = \frac{v_1}{v},$$

где v_1 - объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора соли Мора, см^3;

v - объем раствора соли Мора, взятый для установления соотношения, см^3.

Соотношение устанавливают три раза и берут среднее значение. Соотношение следует проверять ежедневно.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали массой от 0,1 до 1,0 г, в зависимости от массовой доли хрома, (табл 2), помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 и растворяют одним из способов:

Таблица 2

Массовая доля хрома, %	Масса навески стали, г
от 0,5 до 2,0	1,0
св 2,0 " 5,0	0,5
" 5,0 " 10,0	0,2
" 10,0 " 35,0	0,1

Способ I. Навеску растворяют в 60 см^3 смеси кислот при умеренном нагревании. После полного растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и кипятят до полного разрушения карбидов и удаления окислов азота;

Способ II. Навеску растворяют в 30 см^3 соляной и 10 см^3 азотной

кислот.После чего к раствору доливают 60 $см^3$ смеси кислот (при массовой доле вольфрама свыше 5 % добавляют еще от 5 до 50 $см^3$ ортофосфорной кислоты). Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты,охлаждают, приливают 150-200 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей.

При анализе сталей с массовой долей марганца менее 0,1 % в раствор вводят 1 $см^3$ раствора сернокислого марганца с массовой долей 0,5 %. К полученному раствору приливают 10 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, от 20 до 40 $см^3$ раствора надсернокислого аммония и нагревают до кипения. Момент полного окисления хрома определяют по появлению малиновой окраски образующейся марганцовой кислоты.

Раствор кипятят до полного разрушения персульфата аммония. К кипящему раствору приливают 5 $см^3$ раствора хлористого натрия и продолжают кипячение до исчезновения малиновой окраски. Цвет раствора должен стать желтым. Если малиновая окраска долго не исчезает или осадок хлористого серебра получается бурого цвета,необходимо добавить еще от 1 до 2 $см^3$ раствора хлористого натрия и продолжать кипячение до исчезновения малиновой окраски. Раствор охлаждают в проточной воде до комнатной температуры,приливают из бюретки точно отмеренное количество раствора соли Мора до исчезновения желтой и появления изумрудно-зеленой окраски и сразу же оттитровывают избыток раствора соли Мора раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой (в течение 2-3 мин) розовой окраски.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{T(Vk - V_1) \cdot 100}{m},$$

где T - титр раствора марганцовокислого калия,выраженный в граммах хрома;

V - объем раствора соли Мора,взятый с избытком для восстановления хрома, $см^3$;

V_1 - объем раствора марганцовокислого калия,израсходованный на титрование избытка раствора соли Мора, $см^3$;

m - масса навески пробы, г;

k - соотношение объемов раствора соли Мора и марганцовокислого калия.

7. 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.

8. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой доли хрома в легированных и высоколегированных сталях 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