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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Денов

# АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ХРОМА ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ, НЕ СОДЕРЖАЩЕЙ ВАНАДИЙ

РДМ 929-08-93

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, не содержащие ванадий и устанавливает титриметрический метод определения массовой доли 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 соответствии с ГОСТ 7565-81.

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.

При этом массовая доля хрома в стандартном образце и анализируемой пробе не должна отличаться более чем в два раза. Допускается почать 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 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 таблице 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 таблице 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 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 легированной и высоколегированной стали,не содержащей ванадий,основано на окислении трехвалентного хрома надсернокислым аммонием до шестивалентного в сернокислой среде в присутствии азотнокислого серебра. Хромовую кислоту восстанавливают раствором соли двухвалентного железа. В качестве окислительно-восстановительного индикатора применяют фенилантраниловую кислоту.

## 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:4, 5:95.

3.6. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

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

3.8. Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

3.9. Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор с массовой долей 0,5 % (хранят в склянке 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) потГОСТ 4808-72, титрованный раствор.

3.13. Фенилантраниловая кислота по ТУ 6 -09-3592-74, раствор с массовой долей 0,I %.

При изменении 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. Аммоний надсернокислый (персульфат), свежеприготовленный раствор с массовой долей 20 %; 20 г реактива растворяют в 80 $см^3$ воды.

4.2. Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора): 40 г реактива растворяют в 400-500 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 5:95, раствор переносят в мерную колбу вместимостью I000 $см^3$, доливают серной кислотой, разбавленной 5:95 до метки и перемешивают.

4.3. Фенилантраниловая кислота, раствор с массовой долей 0,I %: 0,I г реактива и 0,I г безводного углекислого натрия растворяют при нагревании в I00 $см^3$ воды.

## 5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали от 0,I г до I,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 | I,0 |
| Св 2,0 " 5,0 | 0,5 |
| " 5,0 " I0,0 | 0,2 |
| " I0,0 " 35,0 | 0,I |

способ I. Навеску растворяют в 40 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:4 и I0 $см^3$ ортофосфорной кислоты. После полного растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и выпаривают дважды до паров серной кислоты;

способ II. Навеску труднорастворимой стали растворяют в соляной кислоте, разбавленной I:I или в царской водке, по окончании растворения добавляют 40 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:4, I0 $см^3$ ортофосфорной кислоты и упаривают дважды до паров серной кислоты.

Соли растворяют в 200 $см^3$ горячей воды, приливают I0 $см^3$ 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 раствора долго не исчезает или осадок хлористого серебра получается бурого цвета, необходимо добавить еще I-2 $см^3$ раствора хлористого натрия и продолжать кипячение до исчезновения малиновой окраски. Раствор охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, приливают I0 $см^3$ серной кислоты плотностью I,82 $г/см^3$, 5-6 капель фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода окраски из красно-фиолетовой в зеленую.

## 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 по одному или нескольким стандартным образцам стали.

## 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

$m$ – масса навески стали, 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 измерений массовой доли хрома 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 26-2079-80
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-I7-03э 87
ТУ 26-I7-037-87
ТУ 26-I7-047-88
ТУ 26-246-83
ТУ 26-37-80
ГОСТ 26421-85
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-42I2-87
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 №21/22-373 от 13.06.96