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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.Останов

АТТЕСТАТ
НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ФОСФОРА В НЕЛЕГИРОВАННОМ ЧУГУНЕ, УГЛЕРОДИСТОЙ, ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

РДИ 929-03-93

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 нелегированные чугуны, углеродистые, легированные и высоколегированные стали и устанавливают экстракционно-фотометрический метод определения фосфора в диапазоне от 0,002 до 0,25 %.

Методика предназначена для контроля исходных материалов и контроля технологических процессов.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 28473-90 и ГОСТ 22536.0-87.

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

I.3. Определение массовой доли фосфора в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной, высоколегированной стали проводят в двух параллельных навесках.

Случайная погрешность взвешивания ± 0,0002 .

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 фосфора.

Массовая доля фосфора в стандартном образце и анализируемой пробе не должна отличаться более чем в два раза. Допускается получать большие количества анализируемого компонента путём 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 таблице

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

Абсолютные допускаемые расхождения массовой доли фосфора при трех параллельных измерениях

Тип стали	Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Сталь углеродистая, чугун нелегированный	От 0,02 до 0,05	0,004
	Св. 0,05 " 0,10	0,006
	" 0,10 " 0,25	0,010
Сталь легированная и высоколегированная.	От 0,002 до 0.004	0,002
	Св. 0,004 " 0,008	0,003
	" 0,008 " 0,015	0,004
	" 0,015 " 0,03	0,005
	" 0,03 " 0,07	0,006
	" 0,07 " 0,12	0,008
	" 0,12 " 0,25	0,010

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п. I.4, проводят повторные измерения массовой доли фосфора. 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 фосфора в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали следует выполнять экстракционно-фотометрическим методом, который основан на экстрагировании желтой формы фосфорномолибденовой гетерополикислоты изоамиловым спиртом с последующим восстановлением до молибденовой сини раствором хлористого олова непосредственно в экстракте. Мышьяк, кремний, хром, никель определению не мешают. Влияние ванадия устраняют введением в раствор насыщенного раствора соли Мора, восстанавливая его до четырехвалентного состояния.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

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

3.7. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

3.8. Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, раствор с массовой долей 4 %.

3.9. Кислота щавелевая по ГОСТ 22180-76, раствор с массовой долей I0 %.

3.I0. Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765-78.

3.II. Олово двухлористое по ГОСТ 36-78.

3.I2. Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830-79.

3.I3. Соль Мора по ГОСТ 4208-72, насыщенный раствор.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.I. Аммоний молибденовокислый, свежеприготовленный раствор: 7,5 г аммония молибденовокислого растворяют при нагревании в 75 $см^3$ воды, охлаждают и добавляют 25 $см^3$ азотной кислоты плотностью I,4 $г/см^3$.

4.2. Олово двухлористое, свежеприготовленный раствор: 2,4 г двухлористого олова растворяют в 30 $см^3$ соляной кислоты, плотностью I,I9г/см3 ,нагревают до кипения ,охлаждают, прибавляют 70 $см^3$ воды.

4.3. Смесь кислот: 3 объема соляной кислоты плотностью I,I9 $г/см^3$ смешивают с I объемом азотной кислоты плотностью I,4 $г/см^3$.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску чугуна или стали массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют одним из способов:

способ 1. Навеску растворяют в 10 $см^3$ раствора (1:1) азотной кислоты при нагревании. По окончании растворения кипятят до удаления окислов азота;

способ 2. При массовой доле хрома свыше 1 % навеску растворяют в 15 $см^3$ смеси кислот. Раствор выпаривают до сиропообразного состояния. Операцию выпаривания повторяют дважды, прибавляя по 5 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 $г/см^3$. Остаток растворяют в 5 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 $г/см^3$ нагревают до растворения солей, приливают 10 $см^3$ воды и кипятят до удаления окислов азота.

В горячие растворы приливают небольшими порциями раствор марганцовокислого калия с массовой долей 4 % для окисления фосфора и кипятят до выпадания бурого осадка двуокиси марганца. Осадок растворяют, прибавляя по каплям раствор щавелевой кислоты с массовой долей 10 % до полного просветления раствора, кипятят 1-2 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают. Если раствор мутный, фильтруют часть раствора через фильтр "белая лента", первые порции фильтрата отбрасывают.

В делительную воронку вместимостью от 100 до 150 $см^3$ последовательно вводят 2 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, 2 $см^3$ анализируемого раствора и перемешивают. Если в образце присутствует ванадий, вводят 3 капли насыщенного раствора соли Мора, перемешивают. Из бюретки приливают 3 $см^3$ изоамилового спирта и перемешивают встряхиванием в течение 1 мин. Дают раствору отстояться (для разделения фаз), затем осторожно по стенкам приливают 2 $см^3$ раствора хлористого олова, слегка перемешивают и после разделения фаз нижний водный слой отбрасывают. Верхний органический слой переносят в кювету с толщиной слоя 5 мм и измеряют оптическую плотность на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 650 до 700нм.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

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 фосфора.

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

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

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

9. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОТИ

При выполнении измерений массовой доли фосфора в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной, 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
РДИ 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