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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.Г.Панов

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ УГЛЕРОДА ГАЗООБЪЕМНЫМ МЕТОДОМ В ЧУГУНЕ НЕЛЕГИРОВАННОМ, УГЛЕРОДИСТОЙ, ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

РД М 929-01-93

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 устанавливает объемный метод определения углерода в диапазоне от 0,01% до 5,0%.

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 углерода в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали проводят в двух параллельных навесках.

Случайная погрешность взвешивания ± 0,0002 г. Массовая доля углерода 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 и 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 углерода (среднее арифметическое двух параллельных результатов анализа) не должна отличаться от аттестованного более, чем на половину величины допустимых расхождений, приведенных в таблице.

Абсолютные допускаемые расхождения массовой доли углерода при трех параллельных измерениях

Тип стали	Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Сталь углеродистая и чугун нелегированный.	От 0,01 до 0,02	0,005
	Св 0,02 " 0,08	0,010
	" 0,08 " 0,20	0,020
	" 0,20 " 0,50	0,030
	" 0,50 "I,00	0,040
	" I,00 " 2,5	0,05
	" 2,5 " 5,0	0,10
Сталь легированная и высоколегированная.	От 0,030 до 0,040	0,007
	Св 0,040 " 0,10	0,010
	" 0110 " 0,20	0,015
	" 0,20 " 0,40	0,020
	" 0,40 " 0,80	0,030
	" 0,80 " I,50	0,040
	" I,50 " 2,50	0,060

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.I.4, проводят повторные измерения массовой доли углерода. Если при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушения нормального хода анализа.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Измерение массовой доли углерода в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали следует выполнять газообъемным методом, который основан на сжигании навески стали и чугуна в токе кислорода при температуре от I200 до I250 ^{0}C с последующим поглощением образовавшегося углекислого газа раствором едкого кали.

Массовую долю углерода определяют по разности между первоначальным объемом газов и объемом, полученным после поглощения углекислого газа раствором едкого кали.

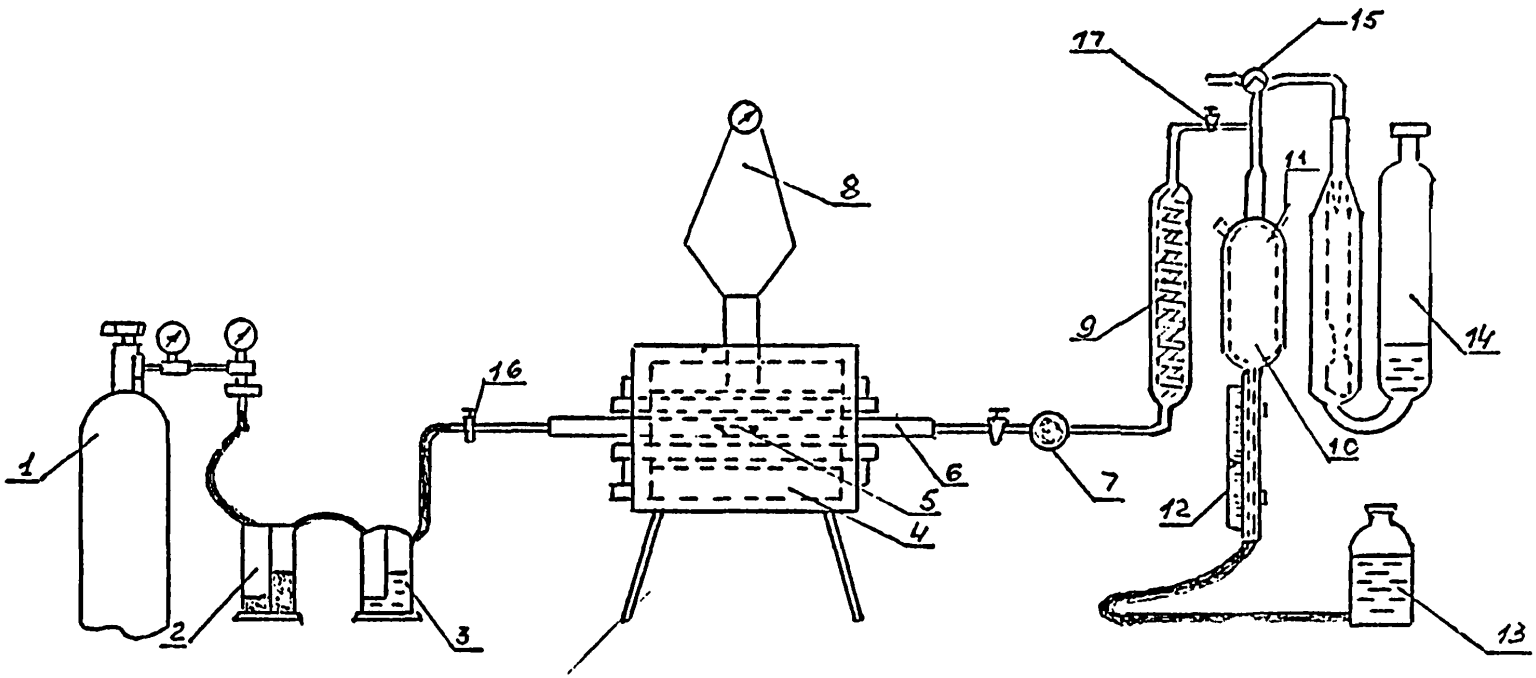
3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Установка для определения углерода. Схема усановки для определения углерода приведена на чертеже.

Установка для газообъемного определения содержания углерода состоит из следующих элементов: кислородного баллона I по ГОСТ 5583-78, снабженного редукционным вентелем для регулирования скорости поступления кислорода в печь; промывной склянки Тищенко 2 с раствором марганцовокислого калия с массовой долей 4 %, в растворе едкого кали с массовой долей 40 %; промывной склянки Тищенко 3 с серной кислотой; горизонтальной трубчатой печи 4 с силитовыми нагревателями, обеспечивающей нагрев до температуры не ниже 1250 °С; шарика-фильтра 7, заполненного хлопчатобумажной ватой для удержания твердых окислов, уносимых из печи током кислорода; термопары с прибором 8, обеспечивающим поддержания необходимой температуры; газоанализатора ГОУ-I *на углерод*, включающего змеевиковый холодильник 9 для охлаждения поступающих из печи двуокиси углерода с кислородом; газоизмерительной бюретки-эвдиометра 10, снабженного термометром 11, укрепленным в верхней расширенной части (в верхней ясти эвдиометра имеется пустотелый поплавок, поднимающийся при заполнении бюретки жидкостью и запирающий верхнее отверстие); подвижной шкалы 12, прикрепленной к узкой части бюретки, при помощи которой измеряют объемы газов (шкала соответствует только той бюретке, к которой она прилагается, перенос ее с одной бюретки на другую не допускается); уравнительной склянки 13 для перекачивания газовой смеси из бюретки в поглотительный сосуд (в уравнительную склянку наливают воду, от 5 до 6 капель серной кислоты и несколько капель раствора метилового оранжевого); поглотительного сосуда 14, наполненного раствором едкого кали с массовой долей 40 %; газонепроницаемой трубки 6 по ГОСТ *8673-73* из неглазурованного фарфора, внутренним диаметром (мм) 18-20 и длиной (мм) 750-900, концы которой должны выступать наружу из печи не менее чем на 200-250 мм, трубку закрывают с двух концов плотно пригнанными резиновыми пробками, в отверстия пробок вставляют стеклянные трубки, диаметром 5 мм; лодочек фарфоровых 5 (неглазурованных №1 и №2) по ГОСТ *6675-73*, предварительно прокаленных в токе кислорода при рабочей температуре.

СХЕМА УСТАНОВКИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА



3.3. Крючок, с помощью которого лодочки с пробой помещают в фарфоровую трубку и извлекают из нее, изготовленный из жаропрочной низкоуглеродистой проволоки диаметром (мм) 3-5 и длиной (мм) 500-600.

3.4. Свинец гранулированный по ТУ 6-09-3523-80, предварительно проверенный в условиях анализа на содержание углерода.

3.5. Калий гидроокись (едкое кали) по ОСТ 6-01-301-74 , раствор с массовой долей 40 %.

3.6. Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

3.7. Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, раствор с массовой долей 4 % в растворе едкого кали с массовой долей 40 %.

3.8. Индикатор метиловый оранжевый (парадиметиламиноазобензосульфатокислый натрий) по ГОСТ 10818-64 , водный раствор с массовой долей 0,1 %.

3.9. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.10. Эфир для наркоза.

3.11. Ацетон по ГОСТ 2603-79.

3.12. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы по ГОСТ 1770-74.

При изменении данной научно-технической документации реактив посуда и приборы мерные лабораторные должны удовлетворять требованиям вновь введенной документации.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Калий гидроокись (едкое кали) раствор с массовой долей 40 %: 40 г реактива растворяют в 60 $см^3$ воды и перемешивают.

4.2. Калий марганцовокислый, раствор с массовой долей 2 %: 2 г реактива растворяют в 100 $см^3$ едкого кали с массовой долей 40 % и перемешивают.

4.3. Индикатор метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 %: 0,1 г реактива растворяют в 100 $см^3$ воды и перемешивают.

4.4. Свинец гранулированный (плавень) готовят следующим образом: гранулы свинца промывают в ацетоне и высушивают, разбивают или раскатывают в тонкие пластины, все поверхности, с которыми соприкасается свинец, обезжиривают, нарезают мелкие отрезки и еще раз промывают в ацетоне, сушат и хранят в банке с притертой пробкой или боксе.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Перед началом работы проверяют герметичность аппарата. Аппарат герметичен, если уровни растворов в поглотителе и эвдиометре не изменяются при закрытых кранах I6 и I5, а кран I7 находится в положении соединения трубки для сжигания с мерной бюреткой.

Навеску обезжиренной стружки стали массой от 0,5 до I,0 г или 0,2 г чугуна помещают в заранее прокаленную фарфоровую лодочку, прибавляют от 0,5 до I,0 г плавня и с помощью "крючка" вдвигают лодочку в трубку для сжигания, которая помещена в предварительно нагретую до температуры не ниже I250 ^{0}C трубчатую печь. Лодочку устанавливают в наиболее накаленной части трубки и тотчас же закрывают отверстие трубки пробкой с резиновым шлангом.

По истечении одной минуты (время, необходимое для равномерного прогрева стружки, плавня и лодочки до температуры печи) в трубку для сжигания начинают подавать кислород со скоростью 4-5 пузырьков в секунду.

Одновременно с подачей кислорода трехходовой кран I7 ставят в положение, при котором газовая смесь кислорода и углекислого газа поступает из печи через змеевиковый холодильник в эвдиометр.

Двухходовой кран I5 полностью перекрыт. Как только эвдиометр полностью заполняется газом и уровень жидкости достигнет нулевого деления шкалы, трехходовой кран I7 ставят в положение, при котором газ из печи выходит в атмосферу, а с помощью крана I5 эвдиометр соединяют с атмосферой; уравнительной склянкой выравнивают положение уровней жидкости в склянке и в бюретке.

Выждав от I5 до 20 секунд для полного стекания жидкости со стенок эвдиометра, на том же уровне устанавливают нуль подвижной шкалы. Эвдиометр с помощью крана I5 соединяют с поглотительным сосудом для поглощения углекислого газа из газовой смеси. Для этого газовую смесь (кислород с углекислым газом) с помощью уравнительной склянки переводят в поглотитель, а затем обратно в эвдиометр, повторяя эту операцию не менее двух раз. Оставшийся газ (кислород) переводят в газоизмерительную бюретку, разобщают ее с поглотительным краном I5, который ставят в положение соединения с атмосферой и производят замер уровня жидкости, записывают соответствующее деление шкалы. Одновременно производят замер температуры и давления атмосферы. Наполняют эвдиометр жидкостью из уравнительной склянки, закрывают кран I5 и готовят аппарат для следующего сжигания.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(A - A_1) \cdot K}{m}$$

где A и A_1 -показания шкалы эвдиометра после поглощения углекислого газа при сжигании навесок анализируемого образца и контрольной пробы соответственно;

K -поправочный коэффициент на температуру и давление по таблицам, прилагаемым к прибору;

m - масса навески образца, г.

7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли углерода и обработке результатов анализа могут быть допущены лаборанты 4-5 разрядов согласно единому тарифно-квалификационному справочнику.

8. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

8.I. При выполнении измерений массовой доли углерода в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали должны выполняться требования, которые установлены инструкцией по технике безопасности при работе в химической лаборатории, утвержденной главным инженером предприятия.

8.2. При работе с кислородными баллонами необходимо соблюдать инструкцию по безопасному обращению с газовыми баллонами.

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