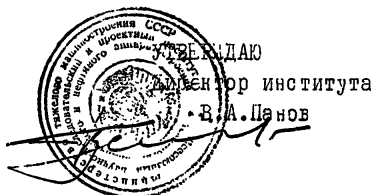


НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНОЛОГИИ ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТЯНОГО АППАРАТОСТРОЕНИЯ
(ВНИИПТХимнефтеаппаратуры)



АТТЕСТАТ
НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ
ДОЛИ ХРОМА ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В
ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОВЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ

РДМ 929-09-93

Срок действия установлен с "1" декабря 1992
до "1" декабря 1997

Заведующий отделом №29
канд. техн. наук

Исполнители:

по разработке методики

выполнения измерений

науч. сотрудник

лаборант У разряда

по метрологической экспертизе

ведущий инженер-метролог

В.Л. Мирочкин

Т.Н. Очкова

А.Н. Тушинская

Г.Н. Михайлова

Волгоград 1992

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.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 28473-90.

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

1.3. Определение массовой доли хрома в легированной и высоколегированной стали проводят в двух параллельных навесках. Случайная погрешность взвешивания $\pm 0,0002$ 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.

1.4. 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 1,00 | 0,04 |
| Съ 1,00 " 2,00 | 0,05 |
| " 2,00 " 5,00 | 0,08 |
| " 5,00 " 10,00 | 0,12 |
| " 10,00 " 20,00 | 0,20 |
| " 20,00 " 35,00 | 0,25 |

1.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.1.4, 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 надсернической аммонией в сернистой 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

- 3.1. 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 1770-74.
- 3.4. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- 3.5. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор 1:1, раствор 5:95.
- 3.6. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

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 надсерникоксильный (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 серникоксильная 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. АЛГОРИТМЫ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Аммоний надсерникоксильный (персульфат), свежеприготовленный раствор с массовой долей 20 %: 20 г реактива растворяют в 50 см³ воды.

4.2. Двойная серникоксильная соль закиси железа и аммония (соль мора), титрованный раствор с массовой долей 4 %: 40 г реактива растворяют в 400-500 см³ серной кислоты, разбавленной 5:95, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают серной кислотой до метки, перемешивают.

4.3. Смесь кислот: к 800 см³ воды осторожно при непрерывном перемешивании приливают 200 см³ серной кислоты, охлаждают, приливают 80 см³ ортофосфорной кислоты и перемешивают.

4.4. Калий марганцовокислый, титрованный раствор: 3,16 г марганцовокислого калия растворяют в 500 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, 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 см³ воды, добавляют 15 см³ 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 титровании, $см^3$.

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 (K) 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) слабо-розовой окраски. Соотношение объемов растворов (K) вычисляют по формуле:

$$K = \frac{V_1}{V_2}$$

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

V_2 - 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 в раствор доливают 60 см³ смеси кислот (при массовой доле вольфрама свыше 5 % добавляют еще от 5 до 50 см³ ортофосфорной кислоты). Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают, приливают 150-200 см³ воды и нагревают до растворения солей.

При анализе сталей с массовой долей марганца менее 0,1 % в раствор вводят 1 см³ раствора сернистого марганца с массовой долей 0,5 %. К полученному раствору приливают 10 см³ раствора азотнокислого серебра, от 20 до 40 см³ раствора надсернистого 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 см³ 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 см³ 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:

$$X = \frac{T'(VK - \sigma_1) \cdot 100}{m},$$

где T' - титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в граммах хрома;

V - объем раствора соли Мора, взятый с избытком для восстановления хрома, см³;

V₁ - объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка раствора соли Мора, см³;

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 телефакса: 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 утрачивших своей технической актуальности, а также приведения их в соответствие с требованиями ГОСТ 1.4-93, 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 ОБЯЗАЮ:

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.
Лг. 208-88-64

Приложение

Перечень нормативно-технических документов,
разработанных АООТ "ВНИИПТХимнефтеаппаратуры" и
подлежащих снятию ограничения срока действия

| | | |
|--|-------------------|--------------------|
| ГОСТ 16098-80 | ✓ РТМ 26-378-81 | ТУ 14-3-1074-82 |
| ГОСТ 19664-74 | РТМ 26-381-81 | ТУ 26-0303-1532-84 |
| ГОСТ 26182-84 | РД 26-02-77-88 | ТУ 929-46-93 |
| ОСТ 26-5-88 | РДМУ 26-07-01-78 | РД 24.208.13-90 |
| ОСТ 26-2079-80 | РД 26-11-01-85 | РД 24.200.04-90 |
| <i>Эксп. 170</i> <i>ис. 1916</i> ← ОСТ 26-11-03-84 | РД 26-11-08-86 | РД 24.200.11-90 |
| ОСТ 26.260.454-93 | РД 26-11-15-87 | РД 24.942.02-90 |
| ОСТ 26-11-09-85 | РТМ 26-17-034-84 | ✓ РДМ 929-01-93 |
| ОСТ 26-11-10-93 | РД 26-17-048-85 | ✓ РДМ 929-02-93 |
| ОСТ 26-11-11-86 | РД 26-17-049-85 | ✓ РДМ 929-03-93 |
| <i>снят с производства</i> <i>снят с производства</i> ОСТ 26-11-14-88 | РД 26-17-051-85 | ✓ РДМ 929-04-93 |
| <i>снят с производства</i> ОСТ 26-17-01-83 | РД 26-17-77-87 | ✓ РДМ 929-05-93 |
| <i>снят с производства</i> ОСТ 26-17-027-88 | РД 26-17-78-87 | ✓ РДМ 929-06-93 |
| ОСТ 26-17-02-83 | РД 26-17-086-88 | ✓ РДМ 929-07-93 |
| <i>снят с производства</i> РД 26-3-86 | МИ 1400-86 | ✓ РДМ 929-08-93 |
| <i>снят с производства</i> РД 26-4-87 | ТУ 26-17-034-87 | ✓ РДМ 929-09-93 |
| <i>снят с производства</i> РД 26-8-87 | ТУ 26-17-030-87 | ✓ РДМ 929-10-93 |
| <i>снят с производства</i> РТМ 26-9-87 | ТУ 26-17-037-87 | ✓ РДМ 929-11-93 |
| <i>снят с производства</i> РДМ 26-15-80 | ТУ 26-17-047-88 | ✓ РДМ 929-12-93 |
| <i>снят с производства</i> РТМ 26-44-82 | ТУ 26-246-83 | ✓ РДМ 929-13-93 |
| <i>снят с производства</i> РТМ 26-123-73 | ТУ 26-37-80 | ✓ РДМ 929-14-93 |
| <i>снят с производства</i> РТМ 26-160-73 | ГОСТ 26421-85 | ✓ РДМ 929-15-93 |
| ✓ РТМ 26-168-81 | ОСТ 26-02-1015-85 | ✓ РДМ 929-16-93 |
| РТМ 26-225-75 | РД РТМ 26-339-79 | ✓ РДМ 929-17-93 |
| РТМ 26-298-78 | РТМ 26-02-63-87 | ✓ РДМ 929-18-93 |
| РТМ 26-303-78 | ТУ 14-1-914-74 | ✓ РДМ 929-19-93 |
| РТМ 26-17-012-83 | ТУ 14-1-2404-78 | ✓ РДМ 929-20-93 |
| ✓ РТМ 26-362-80 | ТУ 14-1-2405-78 | ✓ РДМ 929-21-93 |
| ✓ РТМ 26-363-80 | ТУ 14-1-3333-82 | ✓ РДМ 929-22-93 |
| ✓ РТМ 26-364-80 | ТУ 14-1-4150-86 | ✓ РДМ 929-23-93 |
| ✓ РТМ 26-365-80 | ТУ 14-1-4175-86 | |
| РТМ 26-365-80 | ТУ 14-1-4181-86 | |
| ✓ РТМ 26-366-80 | ТУ 14-1-4212-87 | |

✓ - снятию ограничения срока действия подлежит
Указание по радионуклидам и элект. машин. № 21/82-373 от 13.06.96