

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



АТТЕСТАТ
НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ
ЦЕРИЯ В УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ
МАТЕРИАЛОВ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

РДМ 929-22-93

Срок действия установлен с I декабря 1992
до I декабря 1997

Заведующий отделом №29
канд. техн. наук

В. Л. Мирочник

Исполнители:
по разработке методики
выполнения измерений
науч. сотрудник
лаборант У разряда
по метрологической экспертизе
ведущий инженер-метролог

Т. Н. Очкова

А. Н. Тушинская

Г. Н. Михайлова

Волгоград 1992

Настоящий аттестат распространяется на углеродистые стали и устанавливает фотометрический метод определения серы в диапазоне от 0,005 до 0,5 %.

методика предназначена для контроля исходных материалов, технологических процессов и готовой продукции.

І. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

І.І. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 22536.0-87.

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

І.3. Определение массовой доли серы в углеродистой 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 серы.

Массовая доля серы в стандартном образце и в 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.

І.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.І;

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

Таблица I

Массовая доля перия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,010	0,005
Св. 0,010 " 0,020	0,007
" 0,020 " 0,050	0,010
" 0,050 " 0,10	0,020
" 0,10 " 0,50	0,040

1.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.1.4, проводят повторные измерения массовой доли перия. 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 перия в углеродистой стали следует выполнять фотометрическим методом, который основан на цветной реакции перия с арсеназо III, окрашивающим раствор в красно-фиолетовый цвет ($\lambda = 660$ нм) в слабокислой среде. Цветная реакция развивается сразу после добавления реагента и устойчива в течение суток. Чувствительность метода повышается при добавлении в аликвотную часть этилового спирта.

Интенсивность окрашивания пропорциональна массовой доле перия. Чувствительность метода 0,0000025 г в 50 см³ раствора. Избирательность цветной реакции невысока: мешают железо, медь, ниобий, титан, хром, ванадий и др. элементы.

Мешающее влияние элементов устраняют осаждением перия в виде оксалата при pH 3, применяя в качестве коллектора хлористый кальций.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

3.3. Фильтры обеззоленные синяя лента по ТУ 6-09-1678-77.

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

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

3.6. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.7. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, разбавленная 1:1 и раствор *концентрации 0,01 моль/дм³*

3.8. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.9. Кислота щавелевая по ГОСТ 22180-76, насыщенный раствор.

3.10. Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

3.11. Пергидроль по ГОСТ 10929-76.

3.12. Кальций хлористый по ГОСТ 4141-66, раствор с массовой концентрацией 44 г/дм³.

3.13. Арсеназо Ш по ТУ 6-09-4151-75, раствор с массовой концентрацией 0,4 г/дм³.

3.14. Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815-76, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

3.15. Буферный раствор с pH 1,8.

3.16. Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962-67.

3.17. Стандартный раствор перия, содержащий в 1 см³ 0,001 г перия.

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

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Арсеназо Ш, раствор с массовой концентрацией 0,4 г/дм³ готовят следующим образом: 0,2 г арсеназо Ш растворяют в 0,01 н соляной кислоты, переводят в мерную колбу емкостью 500 см³ и доводят до метки соляной кислотой *концентрации 0,01 моль/дм³*

4.2. Буферный раствор с pH 1,8 готовят следующим образом: 83 см³ раствора соляной кислоты *концентрации 0,2 моль/дм³* смешивают с 250 см³ раствора хлористого калия, *концентрации 0,2 моль/дм³* переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают.

4.3. Стандартный раствор перия (А) готовят следующим образом: 1,443 г соли сернокислого перия 4-водного помещают в термостойкий стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой и приливают при перемешивании соляную кислоту концентрированную до полного растворения соли, выпаривают почти досуха, до полного удаления хлора, образовавшегося в результате окисления соляной кислоты сернокислым перием. Сухой остаток растворяют в соляной кислоте *концентрации 0,1 моль/дм³*, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки соляной

концентрации 0,1 моль/дм³
кислотой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г перия.

Раствор (Б) готовят следующим образом:

5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором 0,01 Н соляной кислоты и перемешивают, 1 см³ содержит 0,00005 г перия.

Титр стандартного раствора устанавливают следующим образом: отбирают 3 аликвотные части раствора по 50 см³, помещают в стаканы вместимостью 300 см³, приливают 50 см³ горячего раствора щавелевой кислоты, с массовой концентрацией 10 г/дм³, по каплям аммиак водный, доводят рН до 3, подогревают до 80 °С и оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают на фильтр "синяя лента", промывают от 5 до 6 раз щавелевой кислотой, с массовой концентрацией 10 г/дм³, переносят в фарфоровый тигель, озолют и прокаливают при $t = 800^{\circ}\text{C}$ до постоянного веса. Взвешивают в виде CeO_2 . Титр стандартного раствора (Т), выраженный в г/см³, начисляют по формуле:

$$T = \frac{m \cdot 0,8141}{V},$$

где V – объем раствора, взятый для анализа, см³;

m – масса осадка в анализируемом образце, г;

0,8141 – коэффициент пересчета массы осадка оксида перия на перий.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навески стали массой от 0,25 до 0,5 г в зависимости от массовой доли перия помещают в стакан, вместимостью 300 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. По окончании растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и кипятят до небольшого объема. Разбавляют раствор водой до 150 см³, приливают 80 см³ щавелевой кислоты, 5 см³ раствора хлористого кальция и приливают по каплям аммиак водный до появления белой мути и в избытке от 1 до 2 капель. После осаждения оксалатов достигается при рН = 3–4, который проверяют по индикаторной универсальной бумаге. Раствор с выпавшим осадком оставляют на ночь.

Осадок отделяют на фильтре "синяя лента", промывают раствором щавелевой кислоты с массовой концентрацией 10 г/дм³. Промытый осадок вместе с фильтром помещают в фарфоровый тигель, озолют и прокаливают при температуре от 700 до 800 °С в течение 45 минут. Тигли с прокаленным осадком охлаждают, осадок осторожно смачивают водой, приливают 5 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ и несколько капель пергидроля. Содержимое тигля количественно переносят в стакан вместимостью 100 см³ и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют 0,01 Н растворе соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки

той же кислотой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора от 1,0 до 10,0 см³, (табл.2), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 5 см³ буферного раствора, 5 см³ арсеназо III, 25 мл спирта, доводят до метки 0,01 N раствором соляной кислоты и перемешивают. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 66 или фотокolorиметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале 650-660 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм.

В качестве контрольного опыта применяют навеску стали, близкой по химическому составу к анализируемой, но не содержащей перия и прошедшей через все стадии анализа.

Таблица 2

Массовая доля перия, %	масса навески стали, г	Общий объем раствора, см ³	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,005 до 0,01	0,5	100	10
Св. 0,01 " 0,05	0,5	100	5
" 0,05 " 0,10	0,5	100	2
" 0,10 " 0,50	0,25	100	1

6. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

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 перия.

В шесть стаканов вместимостью 300 см³ помещают массу навески железа или стали, не содержащей перия, равную анализируемой пробе и 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; и 0,1 % перия при навеске массой 0,5 г и аликвотной части раствора пробы 10 см³. Содержимое стаканов растворяют в 30 см³ соляной кислоты и далее анализируют как указано в п.5.

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

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 - масса перия в аликвотной части анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;
 m_2 - масса перия в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, г;
 m - масса навески стали, соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, г.

8. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой доли перия в углеродистой 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

Руководителям организаций
(По списку)

13.06.96. № 21/2-2-373

на № _____ от _____

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 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 **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.
Лт. 209-86-64

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 24.200.13-90
ОСТ 26-2079-89	РД 26-11-01-85	РД 24.200.04-90
← 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
ОСТ 26-11-14-88	РД 26-17-051-85	✓ РДМ 929-04-93
ОСТ 26-17-01-83	РД 26-17-77-87	✓ РДМ 929-05-93
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
РД 26-3-86	МИ 1400-86	✓ РДМ 929-08-93
РД 26-4-87	ТУ 26-17-034-87	✓ РДМ 929-09-93
РД 26-8-87	ТУ 26-17-035-87	✓ РДМ 929-10-93
РТМ 26-9-87	ТУ 26-17-037-87	✓ РДМ 929-11-93
РДМ 26-15-80	ТУ 26-17-047-88	✓ РДМ 929-12-93
РТМ 26-44-82	ТУ 26-246-83	✓ РДМ 929-13-93
РТМ 26-123-73	ТУ 26-37-80	✓ РДМ 929-14-93
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 подлежат документы, разработанные по техническим условиям и чертежам № 21/2-2-373 от 13.06.96