

НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНОЛОГИИ ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТИНОГО АППАРАТОСТРОЕНИЯ
(ВНИИПТХимнефтехимаппаратуры)



АТТЕСТАТ

на методику выполнения измерений массовой доли
кремния в нелегированном чугуне и углеродистой
стали при контроле исходных материалов

РДМ 929-11-93

Срок действия установлен: с "I" декабря 1992
до "I" декабря 1997

Заведующий отделом №29
канд. техн. наук

Б.Л. Мироцкий

Исполнители:
по разработке методики
выполнения измерений

науч. сотрудник
лаборант У разряда
по метрологической экспертизе
ведущий инженер-метролог

Т.Н. Оchkova
А.Н. Тушинская

Г.Н. Михайлова

Волгоград 1992

Настоящий аттестат распространяется на легированные чугуны и углеродистые стали и устанавливает фотометрический метод определения кремния в диапазоне от 0,01 до 2,0 %.

Методика предназначена для контроля исходных материалов и контроля технологических процессов.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

I.3. Определение массовой доли кремния в легированном чугуне и углеродистой стали проводят в двух параллельных навесках. Случайная погрешность взвешивания $\pm 0,0002$ г.

В тех 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 кремния.

Массовая доля кремния 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 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 кремния (среднее арифметическое двух параллельных результатов анализа) не должна отличаться от аттестованной более чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в табл. I.

Таблица I

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,10	0,015
Св. 0,10 " 0,20	0,020
" 0,20 " 0,40	0,030
" 0,40 " 1,00	0,050
" 1,00 " 2,50	0,080
" 2,50 " 5,00	0,10

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п. I.4, проводят повторные измерения массовой доли кремния. 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 кремния в легированной и высоколегированной стали следует выполнять фотометрическим методом, который основан на образовании окрашенного комплексного соединения кремния с молибденокислым аммонием в сернокислой среде с применением в качестве восстановителя двойной сернокислой соли залкиси железа-аммония (соль Мора).

Кремнемолибденовая кислота устойчива в широком интервале кислотности. Фосфор, присутствующий в растворе, в виде фосфорной кислоты дает аналогичное окрашенное соединение с молибдатом аммония, влияние которого устраняется увеличением кислотности.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, БСПМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Фотоэлектроколориметр.

3.3. Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюretки, 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 серная по ГОСТ 4204-77, раствор I:3, раствор с массовой долей 5%.

3.7. Пергидроль по ГОСТ 10929-76, раствор с массовой долей 30%.

3.8. Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, раствор с массовой долей 2%.

3.9. Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765-78, раствор с массовой долей 5%.

3.10. Аммоний-железо (II) сернокислый (соль моря) по ГОСТ 4208-72, раствор с массовой долей 4%.

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

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Аммоний молибденовокислый, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5%: 5 г реактива растворяют в 95 см³ воды.

4.2. Аммоний-железо (II) сернокислый, свежеприготовленный раствор с массовой долей 4%: 40 г реактива растворяют в 500 см³ воды, прибавляют 50 см³ серной кислоты плотностью I,82 г/см³, доводят объем до 1000 см³ водой и перемешивают.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ изысканий

Навеску чугуна или углеродистой стали массой от 0,1 г до 0,2 г, в зависимости от массовой доли кремния (табл.2), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 60 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 5% при слабом нагревании. По окончании растворения в горячий раствор добавляют раствор марганцовокислого калия до образования перекиси марганца (бурый осадок), которую разрушают раствором перекиси водорода, добавляя его по каплям. Раствор кипятят в течение пяти минут и охлаждают.

Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ доливают до метки водой и перемешивают. При необходимости отделяют часть раствора в сухой стакан или колбу.

Аликвотную часть, в зависимости от массовой доли кремния (табл.2),

84.

помещают в колбу ёмкостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора молибденокислого аммония и выдерживают в течение пяти минут для образования комплекса, приливают 10 см³ раствора серной кислоты разбавленной (1:3), 5 см³ раствора соли Мора, доводят до метки водой, перемешивают и выдерживают 5-10 минут.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Масса навески стали, г	Аликвотная часть, см ³
От 0,01 до 0,1	0,2	10
Св. 0,10	0,1	5

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактива.

Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длии волны от 650 нм до 700 нм.

Толщину слоя кюветы, поглощающей свет, выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычисляют значение оптической плотности контрольного опыта.

6. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ГРАФИКОВ

Навески стандартных образцов с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего аттестата, проводят через все стадии анализа.

Градирочный график строят не менее чем по пяти точкам, равномерно распределяя их по всему диапазону определяемой массовой доли кремния.

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

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

массовую долю кремния (X) в процентах вычисляют по формуле:

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

где m_1 - масса кремния в анализируемой пробе, найденная по гравиографичному графику, г;
 m - масса извески стали, соответствующая фотометрируемой аликвотной части раствора, г.

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли кремния и обработка результатов анализа могут быть допущены лаборанты 4-5 разрядов согласно единому тарифно-квалификационному вправочнику.

9. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой доли кремния в углеродистой стали и нелегированном чугуне 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 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 ОБЪЯВЛЯЮ:

1. Разработчиков указанных документов (держателей подлинников), во 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. 200-86-64

Приложение

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

ГОСТ 16098-80	✓ РТМ 26-378-81	ТУ 14-3-I074-82
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-II-01-85	РД 24.200.04-90
ОСТ 26-II-03-84	РД 26-II-08-86	РД 24.200.II-90
ОСТ 26.260.454-93	РД 26-II-15-87	РД 24.942.02-90
ОСТ 26-II-09-85	РТМ 26-17-034-84	✓ РДМ 929-01-93
ОСТ 26-II-10-93	РД 26-17-048-85	✓ РДМ 929-02-93
ОСТ 26-II-11-86	РД 26-17-049-85	✓ РДМ 929-03-93
ОСТ 26-II-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-I-914-74	✓ РДМ 929-19-93
РТМ 26-17-012-83	ТУ 14-I-2404-78	✓ РДМ 929-20-93
✓ РТМ 26-362-80	ТУ 14-I-2405-78	✓ РДМ 929-21-93
✓ РТМ 26-363-80	ТУ 14-I-3333-82	✓ РДМ 929-22-93
✓ РТМ 26-364-80	ТУ 14-I-4150-86	✓ РДМ 929-23-93
✓ РТМ 26-365-80	ТУ 14-I-4175-86	
✓ РТМ 26-366-80	ТУ 14-I-4181-86	
✓ РТМ 26-366-80	ТУ 14-I-4212-87	

*V - снятие ограничения сроков действия - исходящий
Уведомление по результатам хим. и физ. анализов № 2112-2-373 от 13.06.96*