

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



УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В. Чиснов

АТТЕСТАТ

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

РДМ/ 929-01-93

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

Заведующий отделом №29
канд. техн. наук

В.Л. Мировичник

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

Т.Н. Очкова

А.Н. Тушинская

Г.А. Михайлова

Волгоград 1992

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.

И. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

И.1. Общие требования к методам анализа по ГОСТ Х28473-90 и ГОСТ 22536.0-87.

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

И.3. Определение массовой доли углерода в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали проводят в двух параллельных навесках.

Случайная погрешность взвешивания $\pm 0,0002$ 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.

И.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	От 0,01 до 0,02	0,005
и чугун нелегированный,	Св 0,02 " 0,08	0,010
	" 0,08 " 0,20	0,020
	" 0,20 " 0,50	0,030
	" 0,50 " 1,00	0,040
	" 1,00 " 2,5	0,05
	" 2,5 " 5,0	0,10
Сталь легированная	От 0,030 до 0,040	0,007
и высоколегированная,	Св 0,040 " 0,10	0,010
	" 0,10 " 0,20	0,015
	" 0,20 " 0,40	0,020
	" 0,40 " 0,80	0,030
	" 0,80 " 1,50	0,040
	" 1,50 " 2,50	0,060

1.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.1.4, проводят повторные измерения массовой доли углерода. Если при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают небезопасными, 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 газобъемным методом, который основан на сжигании навески стали и чугуна в токе кислорода при температуре от 1200 до 1250 °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.

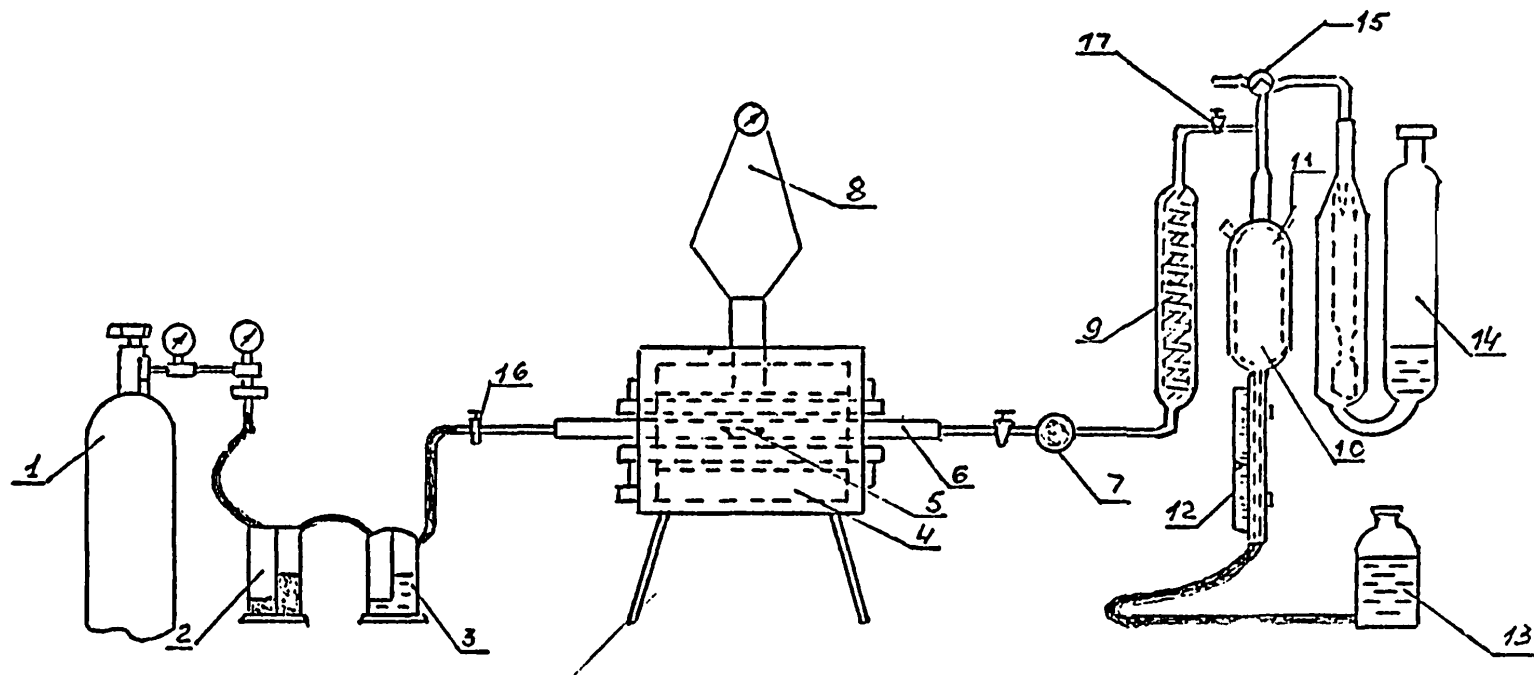
3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

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

Установка для газобъемного определения содержания углерода состоит из следующих элементов: кислородного баллона I по ГОСТ 5583-78, снабженного редукционным вентилем 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 силовыми 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 *ис 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; подочек 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 гидроксид (едкое кали) по ГОСТ 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 (парадиметиланилиноазобензолсульфатонатрий) 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 реактивы, посуда и приборы мерные лабораторные должны удовлетворять требованиям вновь введенной документации.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Калий гидроксид (едкое кали) раствор с массовой долей 40 %: 40 г реактива растворяют в 60 см³ воды и перемешивают.

4.2. Калий марганцовокислый, раствор с массовой долей 2 %: 2 г реактива растворяют в 100 см³ 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 см³ 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 1,0 г или 0,2 г чугуна помещают в заранее прокаленную фарфоровую лодочку, прибавляют от 0,5 до 1,0 г плавня и с помощью "крючка" вдвигают лодочку в трубку для сжигания, которая помещена в предварительно нагретую до температуры не ниже 1250 °С трубчатую печь. Лодочку устанавливают в наиболее накаливаемой 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 15 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 эвидиметра 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

8.1. При выполнении измерений массовой доли углерода в нелегированном чугуна, 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 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 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 **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.
Лт. 200-86-64

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 24.208.13-90
ОСТ 26-2079-80	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	М 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
РТМ 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 26-366-80	ТУ 14-1-4181-86	
✓ РТМ 26-366-80	ТУ 14-1-4212-87	

✓ — снятию ограничения срока действия подлежат
Управление по развитию химии и нефтяной промышленности № 21/12-2-373 от 13.06.96