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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
[illegible]ов

АТТЕСТАТ
НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ НИОБИЯ
В ЛЕГИРОВАННЫХ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ ПРИ КОНТРОЛЕ
ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ
РДМ 929-21-93
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 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 легированные и высоколегированные стали и устанавливает фотометрический метод определения ниобия в диапазоне от 0,01 до 8,0 %.

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

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 ниобия в легированных и высоколегированных сталях проводят в двух параллельных навесках. Случайная погрешность взвешивания ± 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 ниобия.

Массовая доля ниобия 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.

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 ниобия (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 ниобия, %	Абсолютные допускаемые расхождения %
От 0,0I до 0,02	0,007
Св. 0,02 " 0,05	0,0I
" 0,05 " 0,I0	0,02
" 0,I0 " 0,20	0,03
" 0,20 " 0,50	0,05
" 0,50 " I,00	0,07
" I,00 " 2,00	0,I0
" 2,00 " 4,00	0,I5
" 4,00 " 8,00	0,30

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.I.4, проводят повторные измерения массовой доли ниобия. 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 ниобия в легированной и высоколегированной стали следует выполнять фотометрическим методом, который основан на образовании цветной реакции ниобия с сульфохлорфенолом С, окрашивающим раствор в сине-фиолетовый цвет, в среде концентрацией 1,5 г/см^3 соляной кислоты в присутствии винной кислоты, препятствующей гидролизу ниобия. Интенсивность окрашивания пропорциональна массовой доле ниобия. Чувствительность метода составляет 0,000002 г в 50 см^3 раствора. Мешающее влияние сопутствующих элементов устраняют путем осаждения ниобия фениларсоновой кислотой без соосадителя при массовой доле ниобия от 0,I до 8 % и с соосадителем (хлорокись циркония) при массовой доле ниобия от 0,0I до 0,I %.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями или спектрофотометр.

3.3. Фильтры обеззоленные синяя лента по ТУ 6-09-I678-77.

3.4. Водяная баня.

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

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

3.7. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.8. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, разбавленная 1:1.

3.9. Хлорокись циркония" хч "или " чда", раствор с массовой концентрацией 7 г/дм^3.

3.10. Кислота винная по ГОСТ 5817-77, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм^3.

3.11. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.12. Кислота фениларсоновая "чда", раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

3.13. Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172-76.

3.14. Трилон Б (натриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты), раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3

3.15. Ацетон по ГОСТ 3513-74.

3.16. Сульфохлорфенол С, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3.

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. Хлорокись циркония, раствор с массовой концентрацией 7 г/дм^3 (готовят следующим образом: 0,7 г соли растворяют в 10 см^3 соляной кислоты, плотностью 1,19 с/см^3, доводят объем водой до 100 см^3 и перемешивают).

4.2. Сульфохлорфенол С, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3 (готовят в день применения).

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали массой от 0,25 до 1,0 г в зависимости от массовой доли ниобия (табл.2) помещают в стакан вместимостью 300 см^3, приливают 40 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. По окончании растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и кипятят до полного разрушения карбидов и удале-

ния окислов азота. Осаждение ниобия проводят двумя способами, в зависимости от массовой доли ниобия в анализируемом материале:

способ I. При массовой доле ниобия свыше 0,I %. В полученный раствор добавляют 25 $см^3$ соляной кислоты плотностью I,I9 $г/см^3$, разбавляют горячей водой до объема 200 $см^3$ и нагревают до 90 $^0С$, после чего вводят 25 $см^3$ раствора фениларсоновой кислоты и оставляют на ночь;

способ II. При массовой доле ниобия от 0,0I до 0,I %. В полученный раствор вводят 5 $см^3$ хлорокиси циркония, 25 $см^3$ соляной кислоты плотностью I,I9 $г/см^3$, 40 $см^3$ винной кислоты разбавляют горячей водой до объема 200 $см^3$, нагревают до 90 $^0С$, после чего вводят 25 $см^3$ раствора фениларсоновой кислоты и оставляют на ночь.

Осадок отделяют на фильтре "синяя лента" и промывают горячим раствором азотнокислого аммония, подкисленным несколькими каплями азотной кислоты.

Промытый осадок вместе с фильтром помещают фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают от 800 до 900 $^0С$ в течение 45 минут, остаток сплавляют с 3 г калия пиросернокислого от 700 до 750 $^0С$. Тигли переносят в те же стаканы, в которых вели осаждение, и выщелачивают в 70 $см^3$ раствора винной кислоты. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу I00 $см^3$ или 250 $см^3$, в зависимости от ожидаемой массовой доли ниобия (табл.2), доводят до метки водой и перемешивают. Если раствор мутный, фильтруют.

Отбирают аликвотную часть раствора 2-I0 $см^3$ (табл.2) и переносят ее в мерную колбу, вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 2,5 $см^3$ трилона Б (при наличии в растворе циркония), 7,5 $см^3$ ацетона, I2 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной I:I, 2 $см^3$ сульфохлорфенола С, доливают до метки водой и перемешивают. Полученные растворы помещают в водяную баню, нагревают при температуре от 50 до 60 $^0С$ в течение 5-I0 минут, охлаждают и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 656 нм или фотоколориметре, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 650 до 660 нм, в кювете с толщиной слоя 20 мм.

В качестве контрольного опыта применяют стандартный образец, близкий по химическому составу к анализируемому, но не содержащий ниобия, проведенный через все стадии анализа (с введением в него такого же количества раствора хлорокиси циркония, если проводилось осаждение ниобия с соосадителем).

Таблица 2

Массовая доля ниобия,%	Масса навески стали,г	Общий объем раствора, $см^3$	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,01 до 0,05	I,0	I00	I0
Св. 0,05 " I,00	0,5	I00	5
" I,00 " 8,00	0,25	250	2

6. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ГРАФИКОВ

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

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю ниобия /X/ в процентах вычисляют по формуле:

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

где m_1 – масса ниобия в аликвотной части анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 – масса ниобия 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 ниобия в легированной и высоколегированной 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

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