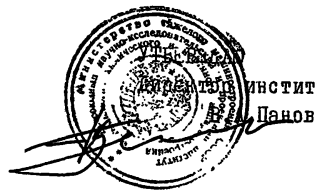
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНОЛОГИИ ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТЯНОГО АППАРАТОСТРОЕНИЯ
(ВНИИПТхимнефтеаппаратуры)



УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Панов

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОЛЬФРАМА В ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

РДМ 929-20-93

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 Т.Н.Очкова
лаборант У разряда А.Н.Тушинская
по метрологической экспертизе
ведущий инженер-метролог Г.Н.Михайлова

Волгоград 1992

gost.e-ecolog.ru

Настоящий аттестат распространяется на легированные и высоколегированные стали и устанавливает фотометрический метод определения вольфрама в диапазоне от 0,15 до 10,0 %.

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 вольфрама в углеродистой, легированной и высоколегированной стали 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 вольфрама.

Массовая доля вольфрама 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 вольфрама (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 вольфрама, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0.I0 до 0,20	0,022
Св. 0,20 до 0,50	0,03
" 0,50 " I,0	0,05
" I,0 " 2,0	0;07
" 2,0 " 3,0	0,I0
" 3,0 " 5,0	0,I5
" 5,0 " I0,0	0,20

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.I.4, проводят повторные измерения массовой доли вольфрама.

Если при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушения нормального хода анализа.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение массовой доли вольфрама в легированной и высоколегированной стали следует выполнять фотометрическим методом, который основан на реакции образования роданидного комплекса пятивалентного вольфрама, окрашенного в желто-зеленый цвет, без предварительного отделения его от сопутствующих компонентов. При растворении и окислении металлического вольфрама и его карбидов в растворе, содержащем ортофосфорную кислоту, вольфрам образует комплексную растворимую фосфорновольфрамовую кислоту, которая не выпадает в осадок. В качестве восстановителя целесообразно употреблять раствор треххлористого титана, который более активен по сравнению с другими восстановителями. Восстановление происходит в сильнокислой среде, окраска развивается в течение 5-I2 мин. Восстановлению вольфрама должна предшествовать операция восстановления железа хлористым оловом. При такой последовательности восстановления железа и вольфрама устраняется возможность выпадания осадка фосфорнокислого титана.

Влияние ванадия свыше 0,2 % и хрома свыше 2 % можно устранить методом компенсации (введением в раствор сравнения соответствующих количеств этих элементов).

Наличие молибдена до 3 % не мешает определению вольфрама.

При наличии в стали мышьяка и сурьмы вводят двойное количество треххлористого титана.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

3.3. Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, 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 азотная по ГОСТ 4461-77.

3.7. Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

3.8. Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

3.9. Олово двухлористое по ТУ 6-09-5384-88, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3.

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

3.11. Титан треххлористый по ТУ 6-09-756 - 88

3.12. Титан двуокись по ТУ 6-09-01 138-73

3.13. Калий роданистый по ГОСТ 4139-75 или аммоний родакислый по ТУ 6-09-4708-79, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм^3.

3.14. Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172-76.

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

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Смесь кислот: к 625 г воды приливают 250 см^3 ортофосфорной кислоты плотностью 1,70 г/см^3 и 150 см^3 серной кислоты плотностью 1,82 г/см^3.

4.2. Олово двухлористое, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3: 50 г двухлористого олова растворяют в 250 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3.

4.3. Титан треххлористый: 1,6 г двуокиси титана сплавляют с 5 г калия пиросернокислого при температуре от 800 до 850 °С. Плав выщелачивают в 250 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании без кипячения. Раствор отфильтровывают.

Перед началом определения часть раствора восстанавливают металлическим цинком до фиолетового окрашивания раствора.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску легированной и высоколегированной стали от 0,2 до 0,5 г, в зависимости от массовой доли вольфрама (табл.2), помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 40 $см^3$ смеси кислот при нагревании.

Таблица 2

Массовая доля вольфрама, %	Масса навески, г
От 0,15 до 1,0	0,5
Св. 1,0 " 10,0	0,2

После полного растворения навески приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты.

При анализе стали, содержащей большие количества хрома и никеля, навеску растворяют в смеси кислот, а затем добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$ и 10 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 $г/см^3$, затем упаривают раствор до выделения густых паров серной кислоты. Дают раствору охладиться, обмывают стенки колбы водой и вновь охлаждают.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5 $см^3$ помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 2 $см^3$ раствора роданистого калия аммония и несколько капель раствора хлористого олова (из предварительно отмеренных мензуркой 20 $см^3$) до обесцвечивания, затем вводят 0,5 $см^3$ раствора треххлористого титана, перемешивают раствор и после этого прибавляют основное количество раствора хлористого олова. Содержимое колбы перемешивают, доводят до метки водой и снова перемешивают.

Через 5 минут измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 420 до 430 нм или на спектрофотометре при длине волны 420 нм в кювете с толщиной слоя от 20 до 30 мм.

В качестве контрольного опыта используют аликвотную часть анализируемого раствора, в которую добавляют все реактивы, кроме раствора роданистого калия (аммония).

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 вольфрама. Проверку градуировочного графика осуществляют не реже одного раза в смену.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 - масса вольфрама в аликвотной части анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 - масса вольфрама в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, г;

m - масса навески стали, соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, г.

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли вольфрама и обработке результатов анализа могут быть допущены лаборанты 4-5 разрядов согласно единому тарифно-квалификационному справочнику.

9. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой доли вольфрама 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