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

Директор института
В.А.Панов

АТТЕСТАТ

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

РДМ 929-18-93

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
науч.сотрудник 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 углеродистые, легированные и высоколегированные стали и устанавливает фотометрический метод определения ванадия в диапазоне от 0,02 до 2,0 %.

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

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 22536.0-87 и ГОСТ 28473-90.

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

I.3. Определение массовой доли ванадия в легированных 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 ванадия.

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

Таблица I

Тип стали	Массовая доля ванадия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Сталь углеродистая	От 0,020 до 0,050	0,006
	Св.0,050 " 0,10	0,008
Стали легированные и высоколегированные	От 0,025 до 0,05	0,008
	Св. 0,05 " 0,10	0,016
	" 0,10 " 0,25	0,025
	" 0,25 " 0,50	0,034
	" 0,50 " 1,00	0,050
	" 1,00 " 2,50	0,084

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.I.4., проводят повторные измерения массовой доли ванадия. 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 ванадия в углеродистой, легированной и высоколегированной стали следует выполнять фотометрическим методом, который основан на образовании комплексного соединения при окислении фенилантраниловой кислоты раствором пятивалентного ванадия. Окраска устойчива в течение 30 мин и пропорциональна концентрации ванадия в пределах от 0,00001 до 0,0001 г в 50 $см^3$ раствора. Комплекс образуется в среде более, чем 5 М серной кислоты.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. 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 по ГОСТ I770-74.

3.5. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.6. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, рабавленная I:I.

3.7. Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80, разбавленная I:4.

3.8. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.9. Пергидроль по ГОСТ 10929-76.

3.10. Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, раствор с массовой концентрацией 3 г/дм^3.

3.11. Натрий азотнокислый по ГОСТ 4163-79, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм^3.

3.12. Мочевина по ГОСТ 6691-77, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм^3.

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. Смесь кислот готовят следующим образом: к 40 см^3 воды приливают 20 см^3 серной кислоты, плотностью 1,82 г/см^3 и 20 см^3 ортофосфорной кислоты плотностью 1,7 г/см^3 .

4.2. Фенилантраниловая кислота раствор с массовой концентрацией I г/дм^3 / готовят следующим образом: 0,1 г кислоты и 0,1 г безводного углекислого натрия растворяют в 100 см^3 воды при нагревании (готовят в день применения).

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали от 0,1 до 0,2 г, в зависимости от массовой доли ванадия (табл.2), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 приливают 25 см^3 смеси кислот и растворяют при нагревании. После полного растворения навески прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания. Раствор выпаривают до выделения густых паров серной кислоты, которые должны выделяться в течение 5-7 минут. Затем растворы охлаждают, разбавляют водой, добавляют 3-5 капель пергидроля, кипятят и снова охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора от 5 до 10 см^3 (в зависимости от массовой доли ванадия) и переносят её в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия для окисле-

ния ванадия до розовой окраски, устойчивой в течение 5 минут. Затем вводят по каплям раствор азотнокислого натрия до исчезновения розового окрашивания (тщательно перемешивают после добавления каждой капли) и вводят одну каплю в избытке. Сразу же приливают I $см^3$ раствора мочевины для связывания избытка нитрита натрия, 5 $см^3$ ортофосфорной кислоты и перемешивают, затем осторожно, не перемешивая, приливают 0,5 $см^3$ раствора фенилантраниловой кислоты, быстро доводят до метки серной кислотой, разбавленной I:I, и осторожно, без сильного взбалтывания, перемешивают, сразу охлаждают в струе холодной воды.

Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 530 до 540 нм, или на спектрофотометре при длине волны 536 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм.

В качестве контрольного опыта используют аликвотную часть анализируемого раствора без добавления фенилантраниловой кислоты.

Таблица 2

Массовая доля ванадия, %	Масса навески стали, г
От 0,020 до 0,5	0,2
Св. 0,5 " 2,0	0,I

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

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_2 – масса ванадия 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 ванадия в углеродистой, 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