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

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
[illegible]

АТТЕСТАТ
НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ДОЛИ ЦИРКОНИЯ
В СТАЛИ ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ ПРИ КОНТРОЛЕ
ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ
РДМ 929-16-93

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 сталь легированную и высоколегированную и устанавливает фотометрический метод определения циркония в диапазоне от 0,01 до 1 %.

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

1.3. Определение массовой доли циркония в стали легированной и высоколегированной проводят в двух параллельных навесках.

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 циркония.

Массовая доля циркония 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 отличатся не более чем в три раза.

Тип стандартного образца для контроля правильности устанавливает начальник химической лаборатории.

1.4. 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.1;

- воспроизведенная в стандартном образце массовая доля циркония (среднее арифметическое двух параллельных результатов анализа) не должна отличаться от аттестованной более, чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в табл.1.

Таблица I

Массовая доля циркония, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02	0,005
Св. 0,02 " 0,05	0,007
" 0,05 " 0.10	0,010
" 0,10 " 0,20	0,015
" 0,20 " 0,40	0,025
" 0,40 " 1,00	0,04

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

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 циркония в стали легированной и высоколегированной следует выполнять фотометрическим методом, который основан на образовании цветной реакции циркония с арсеназо Ш. Определение циркония проводят на фоне всех компонентов стали в растворе 2Н соляной кислоты после восстановления трехвалентного железа гидроксиламином. Интенсивность окрашивания пропорциональна массовой доле циркония. Чувствительность метода 0,000005 г циркония в 50 $см^3$ раствора.

При растворении навески стали существенное значение имеет выбор окислителя. Более надежным является пергидроль, которая легко разрушается при кипячении. Упаривание раствора досуха приводит к потере циркония в результате его гидролиза.

Для устранения влияния хрома, никеля, титана фотометрирование проводят против такого же раствора, содержащего трилон Б, маскирующий цирконий.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. Весы лабораторные общего назначения.

3.2. Фотоэлектроколориметр или светофильтр 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 соляная по ГОСТ 3118-77, разбавленная 1:1 и раствор с концентрацией 2 моль/дм³.

3.7. Пергидроль по ГОСТ 10929-76.

3.8. Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456-79 или гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298-79, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

3.9. Арсеназо Ш по ТУ 6-09-4151-75, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

3.10. Трилон Б по ГОСТ 10652-73, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/ дм³.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

Соляная кислота, раствор с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм³: к 1000 см³ воды осторожно при непрерывном перемешивании приливают 170 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛЕННИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску стали легированной или высоколегированной массой от 0,25 до 0,1 г в зависимости от массовой доли циркония /табл.2/ помещают в колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты,разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании.

Таблица 2

массовая доля циркония, %	масса навески, г
От 0,01 до 0,1	0,25
Св.0,1 " 1,0	0,1

После растворения прибавляют по каплям от 1 до 2 см³ пергидроля для окисления карбидов и кипятят до ее разрушения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором 2н соляной кислоты концентрации 2 моль/дм³ и перемешивают. При наличии в растворе графита его отфильровывают через фильтр средней плотности в сухую колбу или стакан,первые порции отбрасывают.

Отбирают аликвотную часть раствора 10 $см^3$ и переносят ее в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, приливают 10 $см^3$ воды, 2 $см^3$ раствора гидроксиламина и нагревают до кипения для перевода циркония в однородную форму ионов и восстановления железа. Раствор охлаждают, добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты, 1 $см^3$ арсеназо Ш, доводят до метки той же кислотой и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 650 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют вторую аликвотную часть анализируемого раствора, приготовленного в тех же условиях и содержащего 1 $см^3$ раствора трилона Б для связывания циркония. Раствор трилона Б приливают перед добавлением арсеназо Ш.

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 циркония.

Проверку градуировочного графика осуществляют не реже одного раза в смену.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где:
- m_1 – масса циркония в аликвотной части анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;
- m_2 – масса циркония 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 циркония 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 циркония в стали легированной и высоколегированной 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