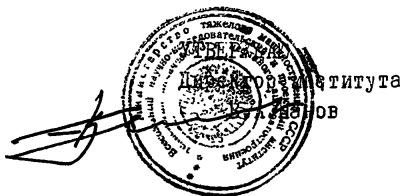


НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНОЛОГИИ ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТЯНОГО АППАРАТОСТРОЕНИЯ
(ВНИИПТХимнефтеаппаратуры)



АТТЕСТАТ
НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ НИОБИЯ
В ЛЕГИРОВАННЫХ И ВЫСОКЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ ПРИ КОНТРОЛЕ
ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

РДМ 929-21-93

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
лаборант У разряда
по метрологической экспертизе
ведущий инженер-метролог

Т. Н. Очкова
А. Н. Тушинская
Г. Н. Михайлова

Болгоград 1992

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.1. 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 $\pm 0,0002$ 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 величин допускаемых расхождений, приведенных в табл. I.

Таблица I

Массовая доля ниобия, %	Абсолютные допускаемые погрешности, %
От 0,01 до 0,02	0,007
Св. 0,02 " 0,05	0,01
" 0,05 " 0,10	0,02
" 0,10 " 0,20	0,03
" 0,20 " 0,50	0,05
" 0,50 " 1,00	0,07
" 1,00 " 2,00	0,10
" 2,00 " 4,00	0,15
" 4,00 " 8,00	0,30

1.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.1.4, 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 ~~раствора~~ соляной кислоты ^{концентрацией 1,5 моля/л (рН 3)} в присутствии винной кислоты, препятствующей гидролизу ниобия. Интенсивность окрашивания пропорциональна массовой доле ниобия. Чувствительность метода составляет 0,000002 г в 50 см³ раствора. Мешающее влияние сопутствующих элементов устраняют путем осаждения ниобия фениларсоновой кислотой без соосадителя при массовой доле ниобия от 0,1 до 8 % и с соосадителем (хлорокись циркония) при массовой доле ниобия от 0,01 до 0,1 %.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

- 3.1. Весы аналитические с разновесами.
- 3.2. Фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями или спектрофотометр.
- 3.3. Фильтры обеззолненные синяя лента по ТУ 6-09-1678-77.

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/дм³.

3.10. Кислота винная по ГОСТ 5817-77, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм³.

3.11. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.12. Кислота фениларсоновая "чда", раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

3.13. Калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172-76.

3.14. Трилон Б (натриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты), раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³

3.15. Ацетон по ГОСТ 3513-74.

3.16. Сульфохлорфенол С, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

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/дм³ (готовят следующим образом: 0,7 г соли растворяют в 10 см³ соляной кислоты, плотностью 1,19 г/см³, доводят объем водой до 100 см³ и перемешивают).

4.2. Сульфохлорфенол С, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ (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 см³, приливают 40 см³ 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 0,1 %. В полученный раствор добавляют 25 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³, разбавляют горячей водой до объема 200 см³ и нагревают до 90 °С, после чего вводят 25 см³ раствора фенолларсоновой кислоты и оставляют на ночь;

способ II. При массовой доле ниобия от 0,01 до 0,1 %. В полученный раствор вводят 5 см³ хлорокиси циркония, 25 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³, 40 см³ винной кислоты разбавляют горячей водой до объема 200 см³, нагревают до 90 °С, после чего вводят 25 см³ раствора фенолларсоновой 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 °С в течение 45 минут, остаток сплавляют с 3 г калия пироксернокислого от 700 до 750 °С. Тигли переносят в те же стаканы, в которых вели осаждение, и выщелачивают в 70 см³ раствора винной кислоты. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу 100 см³ или 250 см³, в зависимости от ожидаемой массовой доли ниобия (табл.2), доводят до метки водой и перемешивают. Если раствор мутный, фильтруют.

Отбирают аликвотную часть раствора 2-10 см³ (табл.2) и переносят ее в мерную колбу, вместимостью 50 см³, прибавляют 2,5 см³ трилона Б (при наличии в растворе циркония), 7,5 см³ ацетона, 12 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см³ сульфохлорфенола С, доливают до метки водой и перемешивают. Полученные растворы помещают в водяную баню, нагревают при температуре от 50 до 60 °С в течение 5-10 минут, охлаждают и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 656 нм или фотокориметре, 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	1,0	100	10
Св. 0,05 " 1,00	0,5	100	5
" 1,00 " 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:

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

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 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 утрачивших 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.
Лг. 208-88-64

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
<i>Эксп. 170</i> <i>№ 1916</i> ← 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
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> ОСТ 26-11-14-88	РД 26-17-051-85	✓ РДМ 929-04-93
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> 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
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> РД 26-3-86	МИ 1400-86	✓ РДМ 929-08-93
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> РД 26-4-87	ТУ 26-17-034-87	✓ РДМ 929-09-93
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> РД 26-8-87	ТУ 26-17-035-87	✓ РДМ 929-10-93
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> РТМ 26-9-87	ТУ 26-17-037-87	✓ РДМ 929-11-93
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> РДМ 26-15-80	ТУ 26-17-047-88	✓ РДМ 929-12-93
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> РТМ 26-44-82	ТУ 26-246-83	✓ РДМ 929-13-93
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> РТМ 26-123-73	ТУ 26-37-80	✓ РДМ 929-14-93
<i>снят с производства</i> <i>февраль 1996</i> 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 26-365-80	ТУ 14-1-4181-86	
✓ РТМ 26-366-80	ТУ 14-1-4212-87	

✓ - снятию ограничения срока действия подлежат
Указание по редизайну ХИИ и элект. машин № 21/82-373 от 13.06.96