

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
(проект,  
вторая редакция)

МЕТАЛЛОПРОДУКЦИЯ ИЗ НЕЛЕГИРОВАННЫХ И  
ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ

Методика определения коррозионной стойкости  
электрохимическим методом  
в хлоридсодержащих водных средах

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению  
до утверждения*

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом 375 «Металлопродукция из черных металлов и сплавов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 202 №

### 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 В настоящем стандарте использован Патент Российской Федерации N 2554659 на изобретение «Способ оценки коррозионной стойкости углеродистых и низколегированных трубных сталей и труб, изготовленных из них». Патентообладатели: Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина») и Акционерное Общество «Выксунский металлургический завод» (АО «ВМЗ»)

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона "О стандартизации в Российской Федерации". Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в годовом (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе "Национальные стандарты", а официальный текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет ([www.gost.ru](http://www.gost.ru)).*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

## Содержание

1 Область применения.....
2 Нормативные ссылки.....
3 Термины и определения.....
4 Требования к показателям точности измерений.....
5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реагентам.....
6 Сущность метода.....
7 Метод измерений.....
8 Требования безопасности, охраны окружающей среды.....
9 Требования к квалификации операторов.....
10 Требования к условиям измерений.....
11 Подготовка образцов для контроля.....
12 Подготовка к выполнению измерений.....
13 Проведение измерений.....
14 Обработка результатов измерений.....
15 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории.....
Приложение А (обязательное) Внешний вид образца для проведения электрохимических измерений.....
Приложение Б (справочное) Примеры установки для проведения измерений.....
Библиография.....

# НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

## МЕТАЛЛОПРОДУКЦИЯ ИЗ НЕЛЕГИРОВАННЫХ И ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ

### Методика определения коррозионной стойкости электрохимическим методом в хлоридсодержащих водных средах

Metal products from unalloyed and alloy steels. Test method for corrosion resistance determination by electrochemical method inside chloride containing water environments

Дата введения –

#### 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику определения коррозионной стойкости нелегированных и легированных сталей (с массовой долей марганца, кремния, хрома до 2 % каждого, ванадия и ниобия – до 1 % каждого, остальных элементов – не более 0,5 % каждого) электрохимическим методом в хлоридсодержащих водных средах в листовом прокате и трубах.

Методика может быть использована при аттестационных испытаниях, при выходном контроле металлопродукции на металлургических предприятиях или входном контроле у потребителя, а также в научно-исследовательских целях.

#### 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества.  
Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 166 Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 17792 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда

ГОСТ 2789 Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики

ГОСТ 4209 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5272–68 Коррозия металлов. Термины

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 19300 Средства измерений шероховатости поверхности профильным методом. Профилографы-профилометры контактные. Типы и основные параметры

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 8.568 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 52381 Материалы абразивные. Зернистость и зерновой состав шлифовальных порошков. Контроль зернового состава

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил и/или классификаторов) в информационной системе общего пользования - на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован

**ГОСТ Р**  
*(проект, вторая редакция)*

по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта (документа) с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта (документа) с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт (документ) отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

### **3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

**коррозионная стойкость:** Способность металла сопротивляться коррозионному воздействию среды.

[ГОСТ 5272–68, статья 8]

**3.2 потенциостатическая выдержка:** Выдержка образца стали в коррозионной среде при постоянном значении потенциала.

**3.3 потенциал выдержки:** Потенциал, подаваемый на испытуемый образец стали.

**3.4 рабочая поверхность образца:** Площадь образца, подвергаемая испытанию.

**3.5 сила тока насыщения:** Значение силы тока в системе при потенциостатической выдержке, не изменяющееся или мало изменяющееся с течением времени.

**3.6 плотность тока насыщения:** Сила тока насыщения, отнесенная к единице площади рабочей поверхности образца.

**3.7 рабочий электрод:** Исследуемый образец.

**3.8 вспомогательный электрод:** Электрод, образующий с рабочим электродом цепь протекания тока в системе.

**3.9 электрод сравнения:** Электрод, относительно которого задается потенциал на поверхности рабочего электрода.

**3.10 потенциостат:** Прибор, поддерживающий на поверхности рабочего образца заданное значение потенциала и измеряющий силу тока.

#### 4 Требования к показателям точности измерений

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности результатов измерений не превышают значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений плотности тока насыщения, $\text{mA}/\text{cm}^2$	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$ , %, при $P=0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_R$ , %
от 1,0 до 6,0 включ.	15	7,5	11
св. 6,0 до 13 включ.	10	3	5

#### 5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

– потенциостат, обеспечивающий поддержание потенциала минус 300 мВ и измерение силы тока в диапазоне от минус 500 мА до плюс 500 мА с относительной погрешностью не более  $\pm 1 \%$ ;

– ячейка стеклянная трехэлектродная электрохимическая термостатированная объемом не менее  $100 \text{ cm}^3$  или химический стакан того же объема;

– электрод сравнения – хлоридсеребряный электрод сравнения по ГОСТ 17792;

**ГОСТ Р**  
*(проект, вторая редакция)*

- электрод вспомогательный – графитовый, углеситалловый или стеклоуглеродный;
- весы лабораторные аналитические с наибольшим пределом взвешивания 210 г и допускаемой абсолютной погрешностью не более  $\pm 0,001$  г, по ГОСТ OIML R 76-1 или аналогичные;
- штангенциркуль ШЦ-1-100 мм, цена деления 0,02 мм, погрешность  $\pm 0,02$  мм, по ГОСТ 166;
- профилометр контактный по ГОСТ 19300;
- шкурка шлифовальная размера зернистости от Р100 единиц (размер зерна 125-160 мкм) до Р1200 единиц (размер зерна 10-14 мкм) по ГОСТ Р 52381 и [1], [2], [3]. Окончательная шлифовка осуществляется на шкурке Р1200;
- термометр ртутный с диапазоном измерений от 0 до 50 °С по ГОСТ 28498;
- колбы мерные лабораторные стеклянные 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- натрий хлористый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4233;
- магний хлористый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4209;
- калий хлористый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4234;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- парафин для лабораторных целей;
- электрохимические маски для образцов, ограничивающие рабочую поверхность площадью 1 см<sup>2</sup> (взамен использования парафина).

**Примечание** – Допускается использование других средств измерений, вспомогательных устройств, реагентов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Средства измерений должны быть поверены, иметь техническую документацию, свидетельства о поверке по [4], а испытательное оборудование – attestаты по ГОСТ Р 8.568.

## **6 Сущность метода**

В основе методики определения коррозионной стойкости сталей лежит потенциостатический метод, при котором определяемым параметром является величина плотности тока, зависящая от интенсивности анодного растворения стали, протекающего на поверхности образца при его потенциостатической выдержке в коррозионной среде.

Методика позволяет уже на этапе производства металлопродукции оценивать уровень коррозионной стойкости изделия.

## 7 Метод измерений

7.1 Измерение коррозионной стойкости выполняют методикой, основанной на измерении плотности тока насыщения анодного растворения стали при потенциостатической выдержке образца в испытательной хлоридсодержащей водной среде, имитирующей пластовые воды нефтяных месторождений хлоридно-кальциевого типа, в которых отсутствуют сульфаты.

Плотность тока насыщения, установившаяся при потенциостатической выдержке образца в растворе электролита, зависит от интенсивности коррозионных процессов на его поверхности, что позволяет использовать данную величину как характеристику коррозионной стойкости.

Типичный график изменения плотности тока во времени при постоянном потенциале ( $E$ ) равном минус 300 мВ (н.х.с.э.) приведен на рисунке 1.

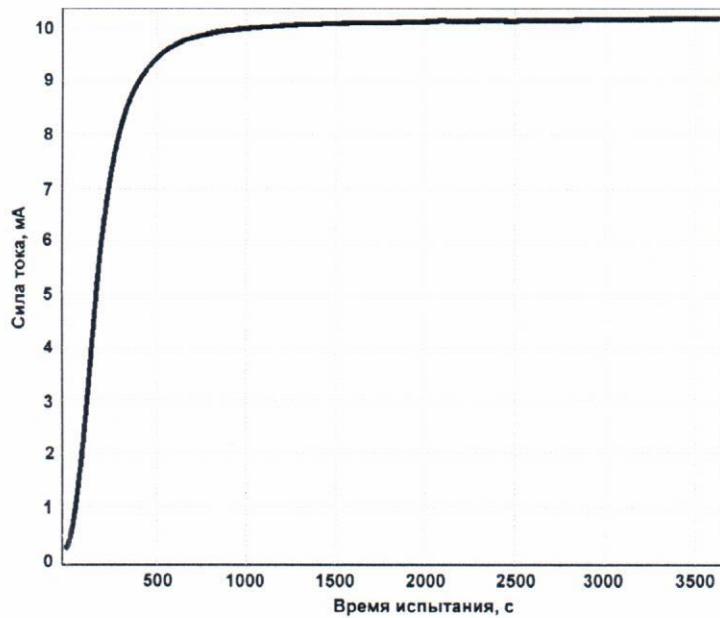


Рисунок 1 – График изменения плотности тока во времени (3600 с)  
 $i = f(t)$  при потенциостатической выдержке равной минус 300 мВ (н.х.с.э.)

Сразу после включения потенциостатической поляризации рабочего электрода, ток в системе интенсивно растет, что связано с протеканием процессов

ГОСТ Р  
(проект, вторая редакция)

растворения железа и других соединений на поверхности образца. Через некоторое время ток перестает возрастать с течением времени, или возрастает незначительно. Установившееся значение тока названо «током насыщения» и отражает состояние наибольшей интенсивности анодного растворения исследуемого образца в данных условиях. Указанная величина, отнесенная к площади рабочей поверхности образца, называется плотностью тока насыщения и является результатом проведения измерений и параметром оценки коррозионной стойкости образца.

7.2 Значение потенциала выдержки ( $E$ ) принято равным минус 300 мВ (н.х.с.э.), поскольку при данном потенциале отчетливо проявляется влияние содержащихся в трубных стальях коррозионно-активных неметаллических включений (КАНВ), содержание которых ( $\text{вкл}/\text{мм}^2$ ), наряду с химическим составом и состоянием структуры, является одной из основных характеристик, определяющих коррозионную стойкость нелегированных и легированных сталей. Именно при использовании такого потенциала получена наилучшая корреляция значения плотности тока насыщения и скорости коррозии сталей в эксплуатационных условиях.

Продолжительность выдержки образца в испытательной коррозионной среде должна быть достаточной для достижения тока насыщения. Максимальное время выдержки образца составляет 3600 с. Время выдержки может быть уменьшено в случае, если достижение тока насыщения произойдет за меньшее время. Если в течение 1000 с плотность тока изменяется (по модулю) менее, чем на  $0,10 \text{ mA}/\text{cm}^2$ , то максимальная плотность тока достигнута и измерения можно прекращать. При этом фиксируют последнее из измеренных значений.

Если в ходе испытания происходит резкое изменение тока (провал графика, обрыв и пр.) из-за некорректной работы оборудования (потенциостата) следует устранить неполадки, поставить новый образец и провести испытания заново.

Заключение о коррозионной стойкости исследуемой стали делают на основе сопоставления результата измерения плотности тока насыщения с пороговым значением плотности тока насыщения. Пороговое значение плотности тока насыщения указывается в требованиях на металлопродукцию. В случае, если результат измерения оказывается выше порогового значения, результат испытаний признают неудовлетворительным.

7.3 При получении неудовлетворительных результатов испытаний допускается проведение повторных испытаний на удвоенном количестве образцов.

Повторные испытания проводят на шести образцах в рамках одной партии

(плавки) металлопродукции, рассчитывают плотность тока насыщения по 14.1 для каждого образца.

Проводят проверку приемлемости результатов измерений и установление окончательного результата по 14.3.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение шести результатов измерений, если выполняется условие (3) для  $n=6$ .

Если условие (3) при  $n=6$  не выполняется, проводят дополнительно измерения на двух резервных образцах в полном соответствии с требованиями данной методики измерений.

Если условие (3) не выполняется, то за результат измерений принимают медиану всех  $n$  измерений.

Сопоставляют полученный результат измерений плотности тока с пороговыми значениями, приведенными в требованиях на металлопродукцию. Если результат измерений плотности тока с учетом погрешности превышает значение, указанное в требованиях на металлопродукцию, результат считают неудовлетворительным.

При отрицательных результатах повторных испытаний, всю партию (плавку) изделий бракуют.

## 8 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений коррозионной стойкости соблюдают следующие требования.

8.1 При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.005.

8.2 Обучение работников правилам безопасности труда проводят согласно ГОСТ 12.0.004.

8.3 При выполнении измерений с использованием потенциостата соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

8.4 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

## 9 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним образованием, владеющих техникой вольтамперометрического анализа.

## 10 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают условия, приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование влияющей величины	Номинальное значение	Предельные отклонения
температура воздуха, °С	25	± 5
температура раствора, °С	22	± 0,5
относительная влажность воздуха при температуре 25 °С, не более, %	90	-
атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.)	от 84,0 до 106,7 (от 630 до 800)	-
напряжение в сети, В	220	+ 22 - 33
частота переменного тока, Гц	50	± 1

## 11 Подготовка образцов для контроля

11.1 Вид образца для проведения измерений представлен в приложении А.

11.2 Образцы вырезают из проката или готовой трубы. Место отбора образцов определяется требованиями нормативных документов на соответствующий тип металлопродукции.

Прямоугольные образцы вырезают из проката длинной стороной в направлении прокатки или из готовой трубы в направлении образующей.

11.3 Поверхность образца подготавливают путем шлифования (ручного или автоматического) до значений шероховатости, указанных в таблице 3, при этом толщина удаляемого в процессе шлифования слоя металла со стороны рабочей поверхности не должна превышать 0,5 мм.

Таблица 3 – Значение шероховатости поверхности образцов по ГОСТ 2789 при проведении электрохимических измерений

Способ измерения	Шероховатость поверхности Ra, мкм
перпендикулярно линиям неровностей поверхности после шлифования	0,040-0,070

Участок образца, взаимодействующий непосредственно с коррозионной средой, называется рабочей поверхностью и формируется на стороне проката, соответствующей внутренней поверхности трубы в случае испытания проката, или на внутренней поверхности трубы - в случае испытания труб. Площадь рабочей поверхности образца должна составлять не менее 1,00 см<sup>2</sup>.

11.4 Остальную поверхность образца изолируют с помощью жидкого парафина или другого диэлектрика, исключающего контакт коррозионной среды с металлом. Расплавленный парафин (или его заменитель) наносят на образец с помощью кисти или любым другим способом. Для ограничения площади рабочей поверхности образца допускается также применять электрохимические маски.

Поверхность образца перед нанесением парафина обезжиривают этанолом или ацетоном.

П р и м е ч а н и е – Изолирование рабочей поверхности образца и крепление его держателем необходимо при использовании электрохимических ячеек типа ЯС-1 и лабораторных стаканов. При использовании ячеек других типов, в зависимости от конструктивных особенностей, изоляция образца может не требоваться.

11.5 После изоляции образца проводят измерение площади полученной рабочей поверхности с точностью до сотых долей см<sup>2</sup> (нет необходимости при применении электрохимических масок с фиксированной площадью рабочей поверхности).

Конечную форму и размеры образца определяют по типу используемой ячейки, при этом требование к минимальной площади рабочей поверхности образца выполняется в каждом случае.

11.6 Не допускается выпрямление образцов труб при подготовке к контролю.

## 12 Подготовка к выполнению измерений

### 12.1 Приготовление испытательного раствора

Для приготовления испытательного раствора взвешивают  $(9,926 \pm 0,001)$  г хлорида натрия (NaCl) и  $(3,416 \pm 0,001)$  г шестиводного хлорида магния (MgCl2·6H2O). Навески растворяют в  $1000\text{ см}^3$  дистиллированной воды. Раствор хранят в герметично закрытой посуде. Срок хранения раствора – 30 суток.

12.2 Приготовление насыщенного раствора хлористого калия в соответствии с паспортом электрода сравнения. Срок хранения раствора – 30 суток.

### 12.3 Подготовка электрохимической установки

Перед проведением измерений собирают установку (см. приложение Б), состоящую из трехэлектродной электрохимической ячейки с комплектом электродов, образца, представляющего рабочий электрод, и потенциостата.

Подготовку потенциостата и его подключение к электрохимической ячейке проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

Подготовку используемой электрохимической ячейки, электрода сравнения и вспомогательного электрода проводят в соответствии с их эксплуатационной документацией.

Хлорсеребряный электрод сравнения заполняют насыщенным раствором хлорида калия и выдерживают не менее 48 часов для установления равновесного значения потенциала. После проведения измерений хлорсеребряный электрод помещают в насыщенный раствор хлористого калия. Хранение хлорсеребряного электрода на воздухе запрещено. Рекомендуется раз в 4-6 месяцев заменять рабочий электролит в электроде.

Электрохимическую ячейку или химический стакан заполняют электролитом в количестве не менее  $75\text{ см}^3$ , после чего устанавливают электрод сравнения и вспомогательный электрод (см. рисунок Б.1 и Б.2). Образец (рабочий электрод), закрепленный в специальном держателе, погружают в электролит так, чтобы расстояние от ватерлинии до верхней части рабочей поверхности образца всегда было одинаковым (от 5 до 7 мм), независимо от размера ячейки и объема электролита в ней (см. рисунок А.2). Образец устанавливают так, чтобы рабочая поверхность образца была обращена к электроду сравнения, а расстояние между ними составляло  $(27 \pm 2)$  мм. К вспомогательному электроду образец должен быть обращен

противоположной изолированной стороной. Расстояние между рабочим и вспомогательным электродом составляет от 3 до 5 мм. Электроды с помощью специальных проводов подключают к соответствующим разъемам потенциостата.

Температуру раствора измеряют перед испытанием. Испытание начинают при достижении температуры  $22 \pm 0,5$  °C.

Потенциостат подключают к персональному компьютеру (ПК) с установленным программным обеспечением (поставляется в комплекте с потенциостатом).

### 13 Проведение измерений

Потенциостат включают в сеть и поляризуют рабочий электрод в потенциостатическом режиме при потенциале выдержки ( $E$ ) равным минус 300 мВ (н.х.с.э.), фиксируя, при этом, величину протекающего в системе тока. Выдержку образца при заданном потенциале проводят в течение 3600 с или менее (см. 7.2) до момента установления тока насыщения, значение которого фиксируют.

### 14 Обработка результатов измерений

14.1 Плотность тока насыщения образца  $j$ ,  $\text{mA}/\text{cm}^2$ , рассчитывают по формуле:

$$j = \frac{I}{S}, \quad (1)$$

где  $I$  – сила тока насыщения, мА;

$S$  – площадь рабочей поверхности образца,  $\text{cm}^2$ .

14.2 Выполнение измерений проводят на трех образцах в рамках одной партии (плавки) металлопродукции (труб, проката) и вычисляют плотность тока насыщения  $j$  по 14.1, получая соответственно значения ( $j_1, j_2, j_3$ )  $\text{mA}/\text{cm}^2$ .

14.3 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных измерений (2), если выполняется условие приемлемости (3):

$$\bar{j} = \frac{j_1 + j_2 + j_3}{3} \quad (2)$$

ГОСТ Р  
(проект, вторая редакция)

$$\frac{n \cdot |j_{max} - j_{min}| \cdot 100}{\sum_{i=1}^n j_i} \leq CR_{0,95}(n), \quad (3)$$

где  $j_i$  – результаты параллельных измерений плотности тока насыщения,  $\text{mA}/\text{см}^2$ ;

$j_{max}$ ,  $j_{min}$  – максимальное и минимальное значения, из полученных  $n$  результатов измерений плотности тока насыщения,  $\text{mA}/\text{см}^2$ ;

$n$  – число параллельных измерений (количество образцов),  $n = 3$ ;

$CR_{0,95}(n)$  – значение критического диапазона для уровня вероятности  $P = 0,95$  и  $n$  результатов измерений, определяемое по формуле:

$$CR_{0,95}(n) = f(n) \cdot \sigma_r \quad (4)$$

для  $n = 3$

$$CR_{0,95}(n) = 3,3 \cdot \sigma_r, \quad (5)$$

где  $\sigma_r$  – относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), % (таблица 1);

$f(n)$  – коэффициент критического диапазона, значения которого зависят от числа измерений и представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Коэффициенты критического диапазона  $f(n)$

$n$	$f(n)$	$n$	$f(n)$
3	3,3	7	4,2
4	3,6	8	4,3
5	3,9	9	4,4
6	4,0	10	4,5

Коэффициенты критического диапазона для других значений  $n$  приведены в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (таблица 1).

Если условие приемлемости (3) не выполняется, проводят дополнительное измерение на резервном образце и получают еще один результат  $j_4$ ,  $\text{mA}/\text{см}^2$ .

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов измерений на четырех образцах, если выполняется условие приемлемости (3) для  $n = 4$ .

Если условие приемлемости (3) не выполняется, то согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 за результат измерений принимают медиану всех  $n$  измерений. Для  $n = 4$  медиану находят по формуле:

$$\bar{j} = \frac{(j_2 + j_3)}{2}, \quad (6)$$

где  $j_2$  – второй наименьший результат из  $n$  параллельных измерений плотности тока насыщения,  $\text{mA}/\text{см}^2$ ;

$j_3$  – третий наименьший результат из  $n$  параллельных измерений плотности тока насыщения,  $\text{mA}/\text{см}^2$ .

14.4 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$j = \bar{j} \pm t_{\alpha,n-1} \cdot S_{\bar{j}} \quad \text{при } P = 0,95, \quad (7)$$

где  $\bar{j}$ ,  $\text{mA}/\text{см}^2$  – среднее арифметическое значение результатов  $n$  измерений, признанных приемлемыми по 14.3;

$S_{\bar{j}}$  – выборочное стандартное отклонение среднего арифметического;

$t_{\alpha,n-1}$  – коэффициент Стьюдента для выбранного значения вероятности  $P$ , представлен в таблице 5.

Таблица 5 - Значения коэффициента Стьюдента  $t_{\alpha,n-1}$  при различных значениях коэффициента доверия  $\alpha$  и объема выборки  $n$

$n-1$	$\alpha$			
	0,8	0,9	0,95	0,99
2	1,89	2,92	4,30	9,93
3	1,64	2,35	3,18	5,84
4	1,53	2,13	2,78	4,60
5	1,48	2,02	2,57	4,03
6	1,44	1,94	2,45	3,71
7	1,42	1,90	2,37	3,50
8	1,40	1,86	2,31	3,36
9	1,38	1,83	2,26	3,25
10	1,37	1,81	2,23	3,17
20	1,33	1,73	2,09	2,85

Выборочное стандартное отклонение среднего арифметического вычисляется по формуле:

$$S_{\bar{J}} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (j_i - \bar{J})^2} \quad (8)$$

При  $P = 0,95$  и  $n = 3$ ,  $t_{\alpha,n-1} = 4,30$

$$j = \bar{J} \pm 4,3 \cdot S_{\bar{J}}$$

При  $P = 0,95$  и  $n = 4$ ,  $t_{\alpha,n-1} = 3,18$

$$j = \bar{J} \pm 3,18 \cdot S_{\bar{J}}$$

## 15 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

15.1 Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики выполняют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (пункт 6.2.3). Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

15.2 Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

15.3 Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

15.4 При систематических неудовлетворительных результатах контроля, выясняют причины этих отклонений, в том числе, проводят смену реагентов, проверяют работу оператора.

**Приложение А**  
(обязательное)

**Внешний вид образца для проведения  
электрохимических измерений**

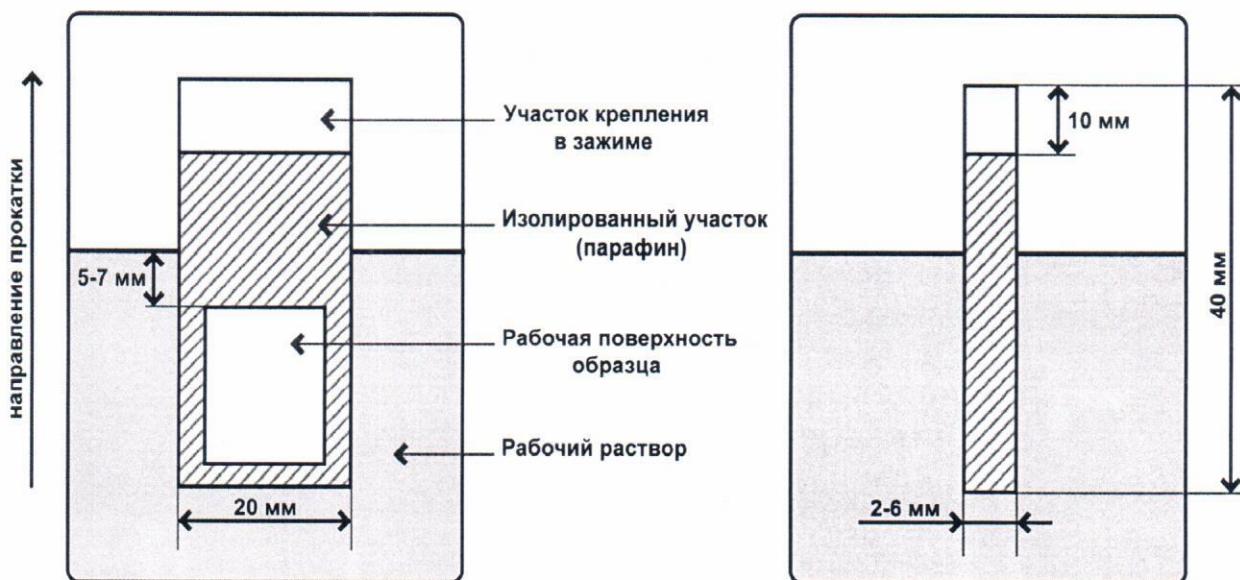


Рисунок А.1 – Внешний вид образца для проведения электрохимических испытаний. Показан уровень электролита в ячейке

Образец для измерений подготавливают так, чтобы после установки в ячейку или мерный химический стакан направление прокатки совпадало с длинной осью образца.

Допускается изготовление образцов поперек направления прокатки при отсутствии возможности определить направление прокатки при поступлении образцов в лабораторию.

**Приложение Б**  
(справочное)

**Примеры установки для проведения измерений**

Б.1 Использование трехэлектродной электрохимической ячейки типа ЯС-1 представлено на рисунке Б.1.

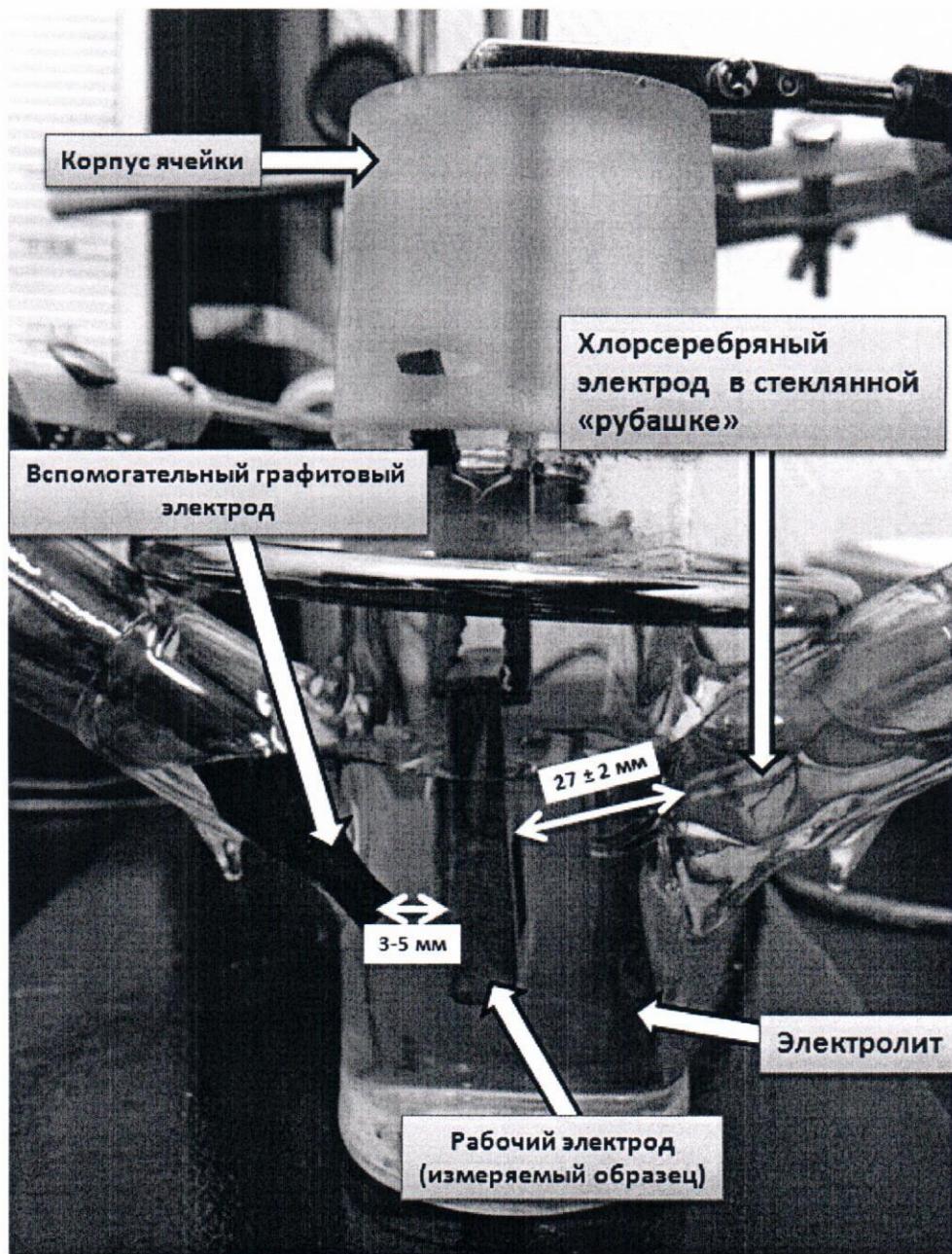


Рисунок Б.1 – Электрохимическая ячейка типа ЯС-1

Б.2 Использование в качестве электрохимической ячейки мерного стакана представлено на рисунке Б.2.

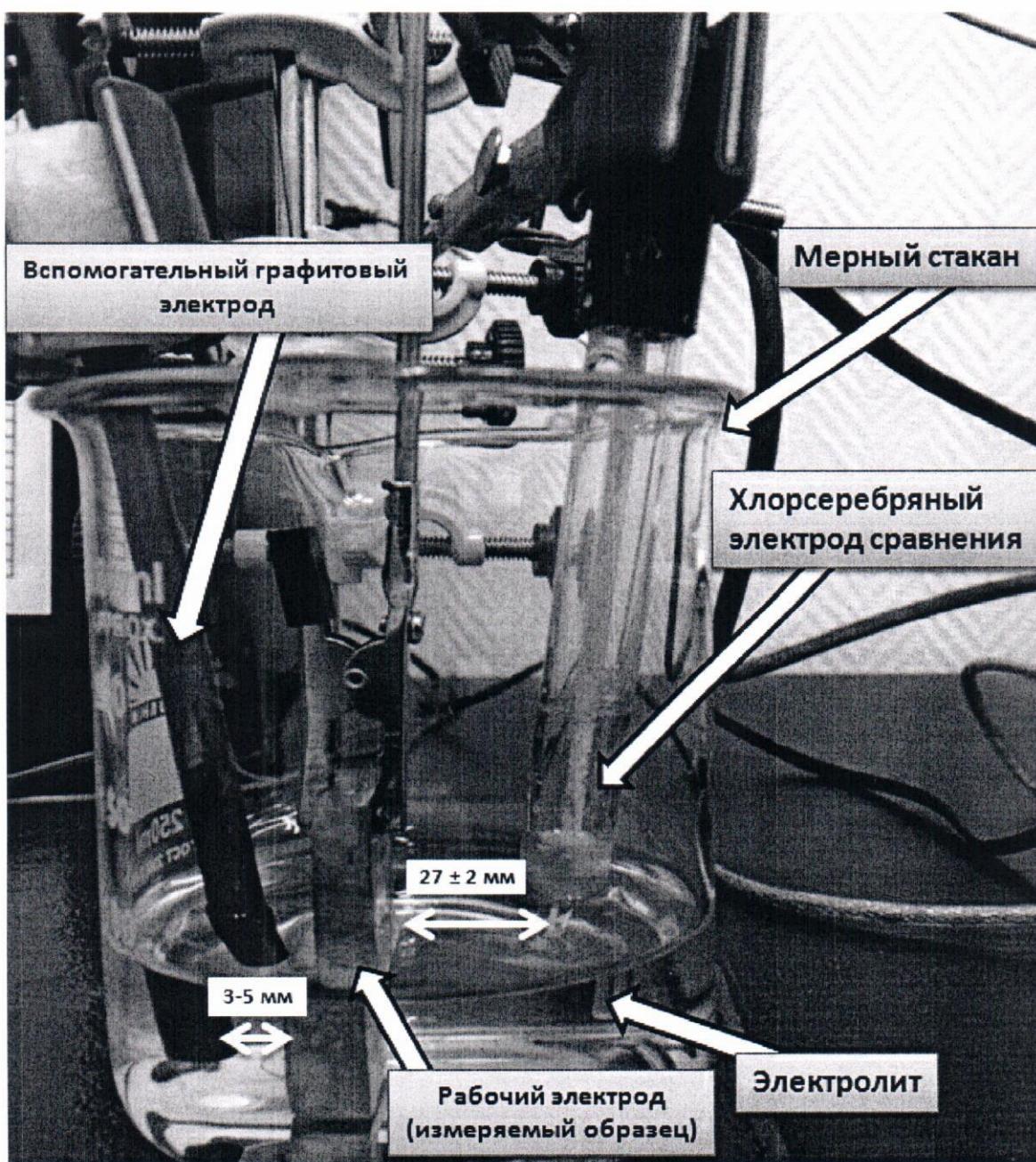


Рисунок Б.2 – Вид рабочей установки с использованием в качестве электрохимической ячейки мерного стакана

## Библиография

- [1] ИСО 6344-1:1998  
(ISO 6344-1:1998) Шлифовальный материал с покрытием. Гранулометрический анализ. Часть 1. Определение гранулометрического состава  
(Coated abrasives – Grain size analysis – Part 1: Grain size distribution test)
- [2] ИСО 6344-2:1998  
(ISO 6344-2:1998) Шлифовальный материал с покрытием. Гранулометрический анализ. Часть 2. Определение гранулометрического состава микрозерен от P12 до P220  
(Coated abrasives – Grain size analysis – Part 2: Determination of grain size distribution of macrogrits P12 to P220)
- [3] ИСО 6344-3:2013  
(ISO 6344-3:2013) Шлифовальный материал с покрытием. Гранулометрический анализ. Часть 3. Определение гранулометрического состава шлифпорошка от P240 до P2500  
(Coated abrasives – Grain size analysis – Part 3: Determination of grain size distribution of microgrits P240 to P2500)
- [4] Приказ Минпромторга РФ  
от 31 июля 2020 г.  
№2510 Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке

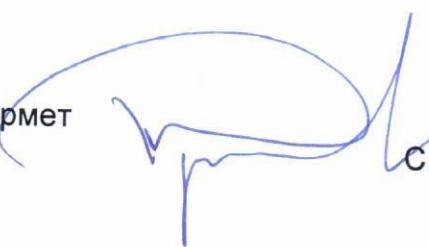
УДК 669.14-122:006.354

МКС 77.140.50

77.140.70

Ключевые слова: нелегированные и легированные стали, коррозионная стойкость, электрохимический метод, потенциал выдержки, плотность тока насыщения, рабочий электрод, потенциостат, электрохимическая ячейка

Директор ЦССМ ГНЦ ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина»



С.А. Горшков

Зав. сектором нелегированных и легированных сталей ЦССМ  
ГНЦ ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина»



Н.А. Соколова

Старший научный сотрудник сектора нелегированных и легированных сталей ЦССМ  
ГНЦ ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина»



Л.С. Чуднова

Младший научный сотрудник сектора нелегированных и легированных сталей ЦССМ  
ГНЦ ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина»



Р.Н. Хадиева