УТВЕРЖДАЮ

Член коллегии
Минхиммаша
А.М.Васильев
"8" сентября 1980 г.

УДК

Группа В09

РУКОВОДЯЩИЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ

УСКОРЕННЫЕ И МАРКИРОВОЧНЫЕ МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ОСНОВНЫХ И СВАРОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ В ХИМНЕФТЕАППАРАТОСТРОЕНИИ

РД РТМ 26-362-80-
- РД РТМ 26-366-80
Взамен РТМ 2631-70-
-РТМ 2635-70

Письмом Министерства химического и нефтяного машиностроения
от 08.09.1980 г. N11-10-4/1601

от 02.09 1980 г № 11-10-4/1601 срок введения установлен

с 01.10.1980 г

Настоящие руководящие технические материалы распространяются на химические и физические методы исследования химсостава основных и сварочных материалов, применяемых в химическом и нефтяном машиностроении (кроме защитных газов).

Устанавливают типовые методы исследования материалов, имеющих различную основу, методы подсчета результатов и технику безопасности.

Рекомендуются к применению в ЦЗЛ, как сборник методических инструкций по проведению химического и спектрального анализа чугунов, сталей и др.материалов.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

РУКОВОДЯЩИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ

УСКОРЕННЫЕ И МАРКИРОВОЧНЫЕ МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ОСНОВНЫХ И СВАРОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ В ХИМНЕФТЕАППАРАТОСТРОЕНИИ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА СВАРОЧНЫХ ФЛЮСОВ И ЭЛЕКТРОДНЫХ ОБМАЗОК

Настоящий руководящий технический материал распространяется на методы химического анализа сварочных флюсов и электродных обмазок, применяющихся при сварке и пайке металлов, на компоненты: SiO_2, Fe_2O_3, Al_2O_3, CaO, MgO, MnO, CaF_2.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

I.I. Общие требования к методам анализа указаны в РД РТМ 26-362-80

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ КРЕМНИЯ

2.I. Сущность метода

Метод основан на переведении навески в раствор сплавлением и последующем выделении кремниевой кислоты в осадок путем многократного выпаривания раствора с кислотами.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь сопротивления, камерная, лабораторная, обеспечивающая температуру от 1000 до 1100°С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77 и разбавленная I:I.

Смесь для сплавления; готовят следующим образом: 250 г углекислого натрия безводного по ГОСТ 83-79, 250 г калия углекислого

по ГОСТ 4221-76 и 50 г натрия тетраборнокислого хорошо перемешивают и хранят в посуде с притертой пробкой.

2.3. Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,5г помещают в платиновый тигель, добавляют от 10 до 12 г смеси для сплавления и сплавляют при температуре от 1000 до 1100°С в течение 50 минут. Плав вместе с тиглем переносят в стакан вместимостью 300 $см^3$, выщелачивают в 100 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1 и выпаривают раствор досуха. Сухой остаток смачивают 5 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$ и снова упаривают досуха. Обработку соляной кислотой и выпаривание досуха повторяют от 2 до 3 раз для более полного обезвоживания кремнекислоты и удаления фтора. Сухой остаток смачивают 15 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, приливают 50 $см^3$ горячей воды и, нагревая раствор, перемешивают его стеклянной палочкой до растворения солей. Горячий раствор фильтруют в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ через фильтр "белая лента", тщательно обтирают стенки стакана влажным кусочком фильтра для удаления приставшей кремнекислоты и переносят его на фильтр. Осадок на фильтре промывают горячей водой, подкисленной соляной кислотой, до отрицательной реакции на железо с роданистым калием или аммонием, а затем от 2 до 3 раз горячей водой.

Фильтрат используют для определения железа, алюминия, марганца, кальция и магния.

Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, озоляют и прокаливаюи при температуре от 1000 до 1100°С в течение от 30 до 40 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (х) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 – масса осадка двуокиси кремния в анализируемом образце, г;

m – масса навески флюса, г.

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА И АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании растворимого комплекса железа и алюминия с трилоном Б, избыток которого оттитровывают раствором сернокислого цинка. При добавлении раствора фтористого натрия алюминий выпадает в осадок в виде криолита, а высвободившийся трилон Б оттитровывают раствором сернокислого цинка. В качестве индикатора применяют ксиленоловый оранжевый.

3.2. Реактивы и растворы

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, разбавленная 1:1 и 1:10.

Индикаторная бумажка "конго".

Уротропин по ГОСТ 1381-73, 30%-ный раствор.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463-76, насыщенный раствор. Готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117-78, 10%-ный раствор.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор; готовят следующим образом: 0,2 г ксиленолового оранжевого растирают в фарфоровой ступке с 20 г хлористого натрия.

Цинк сернокислый, 0,1н раствор; готовят следующим образом: 14,37 г сернокислой соли цинка по ГОСТ 4174-77 растворяют в 200 $см^3$ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1л, доводят до метки водой и перемешивают.

Трилон Б по ГОСТ 10659-73, 0,1н раствор; готовят следующим образом: 18,6г соли трилона Б растворяют в воде, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1л, доводят до метки водой и перемешивают.

Титр раствора трилона Б по каждому элементу устанавливают по стандартным образцам флюса, при их отсутствии, по стандартным растворам в условиях проведения анализа с учетом контрольного опыта на применяемые реактивы.

Между титрованными растворами трилона Б и сернокислого цинка устанавливают соотношение. В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают из бюретки 20 $см^3$ раствора трилона Б, добавляют 15 $см^3$ аммиачного буфера, ~0,1 г хромтемносинего и титруют раствором сернокислого цинка до перехода окраски из синей в розовую.

Соотношение объемов растворов (с) вычисляют по формуле

$$C = \frac{v}{v_1},$$

где v – объем трилона Б, взятый для установления соотношения, $см^3$;

v_1 – объем раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование 20 $см^3$ раствора трилона Б, $см^3$.

Соотношение устанавливают три раза и берут среднее значение. Соотношение следует проверять ежедневно.

3.3. Проведение анализа

В фильтрате, после отделения кремниевой кислоты, с помощью аммиака водного и соляной кислоты, разбавленной I:I, по индикаторной бумаге "конго" устанавливают среду с pH=I-2 и осаждают железо и алюминий раствором уротропина, прибавляя последний порциями до полного выпадения гидроокисей, нагревают до 80-90°С, выдерживают в теплом месте для коагуляции осадка и фильтруют через фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промывают от 4 до 5 раз горячей водой, содержащей несколько капель уротропина, после чего растворяют осадок в соляной кислоте, разбавленной I:I0, приливают последнюю из промывалки. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Фильтрат и промывные воды переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор используют для определения марганца, магния и кальция.

Для определения железа и алюминия отбирают аликвотную часть от 50 до I00 $см^3$, в зависимости от ожидаемого содержания компонентов, помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, создают pH 2 с помощью аммиака водного и соляной кислоты по бумажке "конго", после чего вводят от I0 до 20 $см^3$ раствора трилона Б для связывания железа и алюминия в комплекс и нагревают до кипения. В охлажденный раствор приливают 20 $см^3$ уксуснокислого аммония для создания pH 5, вводят от 0,I до 0,I5 г индикатора ксиленолового оранжевого и титруют избыток трилона Б раствором сернокислого цинка до перехода окраски из желтой в красную. В оттитрованный раствор вводят 30 $см^3$ насыщенного раствора фтористого натрия и нагревают до кипения. Алюминий при этом выпадает в осадок, а высвободившийся трилон Б титруют раствором сернокислого цинка.

3.4. Обработка результатов

3.4.I. Массовую долю общего железа (X) в процентах вычисляют

по формуле

$$X = \frac{T_{Fe}[V-(C\cdot V_1 + C V_2)]\cdot 100}{m},$$

где T_{Fe} – титр раствора трилона Б, выраженный в граммах железа;

C – соотношение объемов раствора трилона Б и раствора сернокислого цинка;

V – объем раствора трилона Б, взятый с избытком для связывания суммы железа и алюминия, $см^3$;

V_1 – объем раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, $см^3$;

V_2 – объем раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование трилона Б, высвободившегося после осаждения алюминия фторидом натрия, $см^3$;

m – масса навески пробы с учетом разведения, г.

Массовую долю окиси алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T_{Al_2O_3}\cdot C\cdot V_2\cdot 100}{m},$$

где $T_{Al_2O_3}$ – титр раствора трилона Б, выраженный в граммах окиси алюминия;

C – соотношение объемов раствора трилона Б и сернокислого цинка;

V_2 – объем раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование трилона Б, высвободившегося после осаждения алюминия фторидом натрия, $см^3$;

m – масса навески с учетом разведения, г.

Примечание: при массовой доле железа меньше 1%, определение его проводят колориметрическим методом.

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ, МАГНИЯ И МАРГАНЦА

4.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом определении кальция,

магния и марганца после отделения железа и алюминия уротропином. При pH=10 в присутствии индикатора хрома темносинего титруют сумму кальция, магния и марганца. Осадив марганец диэтилдитиокарбаматом натрия, экстратруют его уксусноэтиловым эфиром, а в водной части определяют сумму кальция и магния. Кальций титруют при pH=12 после отделения марганца.

4.2. *Реактивы и растворы*

Аммиачный буферный раствор с pH 10; готовят следующим образом: 55 г хлористого аммония по ГОСТ 3773-72 растворяют в 350 см^3 аммиака водного, разбавляют водой до объема 1л и перемешивают.

Хром темно-синий (индикатор); готовят следующим образом: 0,2 г индикатора растирают в 20 г хлористого натрия.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864-71, 5%-ный раствор.

Этилацетат по ГОСТ 8981-78.

Трилон Б, 0,1н раствор; приготовление и установка нормальности указаны в п.3.2.

Индигокармин, 0,2%-ный водный раствор.

Натр едкий по ГОСТ 4328-77, 20%-ный раствор.

Мурексид (индикатор); готовят следующим образом: 0,2 г индикатора растирают с 20 г хлористого натрия.

4.3. Проведение анализа

Из раствора после отделения железа и алюминия отбирают аликвотную часть 50 см^3, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, вводят 20 см^3 аммиачного буферного раствора для создания pH 10, добавляют от 0,1 до 0,15 г индикатора хрома темносинего и титруют сумму кальция, магния и марганца трилона Б до перехода окраски раствора из красной в синюю.

Вторую аликвотную часть 50 см^3 помещают в делительную воронку вместимостью 300 см^3, приливают 80 см^3 раствора диэтилдитикарбамата натрия для осаждения марганца, приливают 50 см^3 этилацетата и экстрагируют в течение 1 мин. Марганец переходит в органическую фазу. Водный слой сливают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и нагревают до просветления раствора. После охлаждения вводят 25 см^3 аммиачного буферного раствора, хром темно-синий и титруют трилоном Б сумму кальция и магния до перехода окраски раствора из красной в синюю. В третьей аликвотной части марганец отделяют, как указано выше. В водную фазу после охлаждения вводят 5 капель индигокармина и добавляют раствор едкого натра до перехода окраски раствора в лимонный цвет. При этом магний выпадает в виде гидро-

окиси. В раствор вводят от 0,I до 0,I5 г мурексида и титруют кальций трилоном Б до перехода окраски из розовой в темнофиолетовую.

4.4. Обработка результатов

Массовую долю кальция (х) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{T_{Ca} \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T_{Ca} – титр раствора трилона Б, выраженный в граммах кальция;

V – объем трилона Б, израсходованный на титрование кальция, $см^3$;

m – масса навески с учетом разведения, г.

Массовую долю окиси магния (х) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T_{MgO} \cdot (V_1 - V) \cdot 100}{m},$$

где T_{MgO} – титр раствора трилона Б, выраженный в граммах окиси магния;

V_1 – объем трилона Б; израсходованный на титрование суммы кальция и магния, $см^3$;

V – объем трилона Б, израсходованный на титрование Ca, $см^3$;

m – масса навески с учетом разведения, г.

Массовую долю окиси марганца (х) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T_{MnO} \cdot (V_2 - V_1) \cdot 100}{m},$$

где T_{MnO} – титр раствора трилона Б, выраженный в граммах окиси марганца;

V_2 – объем трилона Б, израсходованный на титрование суммы кальция, магния и марганца, $см^3$;

m – масса навески с учетом разведения, г.

Примечания: I. Данный метод позволяет определить общую массовую долю кальция. Поэтому для определения массовой доли кальция, из общей массовой доли кальция вычитают массовую долю фтористого кальция. См.ниже. Полученный результат пересчитывают на окись кальция. 2. При массовой доле магния меньше I%, его целесообразнее определять фотоколориметрическим методом с титановым желтым.

3. При массовой доле марганца менее 1%, его определяют персульфатно-серебряным методом.

5. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФТОРИСТОГО КАЛЬЦИЯ

5.1. Сущность метода

Фтористый кальций определяют из отдельной навески, титруя фтор хлорокисью циркония в присутствии индикатора ализаринового красного.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая температуру от 1000 до 1100°С.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 5845-79; готовят следующим образом: смешивают в равных количествах калий углекислый безводный и натрий углекислый безводный, полученную смесь растирают в фарфоровой ступке.

Соляная кислота по ГОСТ 3118-77, разбавленная 1:1, 1:25 и 1:8.

Железо хлорное по ГОСТ 4147-74, 20%-ный раствор в 0,1н соляной кислоте.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, разбавленной 1:1.

Ализариновый красный, 0,05%-ный спиртовый раствор.

Хлорокись циркония восьмиводная, титрованный раствор; готовят следующим образом: 0,5г реактива растворяют в 100 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:8.

Титр раствора устанавливают по фтористому натрию.

Для установки титра 0,105 г фтористого натрия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть 50 $см^3$ помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, вводят 2 $см^3$ индикатора ализаринового красного, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:25 до желто-зеленой окраски и титруют раствором хлорокиси циркония до розовой окраски. Титр определяют как среднее арифметическое от 3 до 4 результатов.

Титр раствора хлорокиси циркония (Т) выраженный в граммах фтора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,00475}{v}$$

где 0,00475 – масса фтора в навеске фтористого натрия, г;

v – объем раствора хлорокиси циркония, израсходованный на титрование, см^3.

5.3. Проведение анализа

Навеску флюса или электродной обмазки массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 6 г калия-натрия углекислого и сплавляют в муфельной печи при 1000°С в течение 45 мин. Плав выщелачивают в 100 см^3 воды, не растворившийся королек растирают стеклянной палочкой и фильтруют в коническую колбу вместимостью 500 см^3 через фильтр средней плотности. Осадок на фильтре промывают от 8 до 10 раз горячей водой. Раствор в колбе нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до синей окраски индикаторной бумажки "конго", вводят 1 см^3 раствора хлорного железа и аммиак водный до слабого запаха. Раствор нагревают до коагуляции осадка и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Отфильтровывают аликвотную часть раствора 100 см^3, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, вводят от 1,5 до 2,0 см^3 индикатора ализаринового красного, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:25 до перехода окраски раствора в желто-зеленый цвет и титруют раствором хлорокиси циркония до перехода окраски в розовый цвет.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю фтористого кальция (X) в процентах вычисляют по формуле.

$$X = \frac{T \cdot v \cdot 2,05 \cdot 100}{m},$$

где T – титр раствора хлорокиси циркония, выраженный в граммах фтора;

v – объем раствора хлорокиси циркония, израсходованный на титрование, см^3;

2,05 – пересчетный коэффициент фтора на фтористый кальций;

m – масса навески флюса с учетом разведения, г.

6. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

6.1. Сущность метода

Фосфор во флюсах и электродных обмазках определяют из отдельной навески. Метод основан на переводе фосфора в растворримую комплексную соль фосфорномолибденовой гетерополикислоты, окрашенную в желтый цвет, с последующим восстановлением ее до синего комплекса. Реакция протекает в кислой среде и отличается большой чувствительностью. В качестве восстановителя используют сульфит натрия. Интенсивность окрашивания комплекса при соблюдении определенных условий пропорциональна массовой доле фосфора.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоколориметр ФЭК-56 или другие приборы подобного типа, обеспечивающие такую же точность измерения.

Азотная кислота по ГОСТ 4461-77 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484-78 (плавиковая), 40%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478-75, 20%-ный раствор, свежеприготовленный.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, 4%-ный раствор.

Натрий сернистокислый безводный по ТУ 6-09-3432-73, 20%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, 4н раствор.

Хлорное железо по ГОСТ 4147-74, 2%-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765-78, 5%-ный раствор.

6.3. Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,1г помещают в платиновую чашку, приливают 5 $см^3$ азотной кислоты с плотностью 1,4 $г/см^3$, осторожно добавляют от 15 до 20 $см^3$ фтористоводородной кислоты и растворяют при слабом нагревании. Если массовая доля кремния превышает 20%, то прибавляют еще 10 $см^3$ фтористоводородной кислоты и продолжают растворение навески до полного ее разложения. По окончании растворения приливают 20 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1 и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, обмывают стенки чашки водой из промывалки и снова нагревают

до начала выделения паров серной кислоты. Операцию выпаривания повторяют трижды. В охлажденный раствор приливают 50 $см^3$ горячей воды и растворяют соли при нагревании. Затем раствор переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, вводят 2$см^3$ раствора хлорного железа, 20 $см^3$ раствора надсернокислого аммония и прибавляют аммиак водный до выпадения гидроокисей. Раствор нагревают до кипения, при этом весь марганец окисляется и выпадает в виде перекиси. Осадок отфильтровывают через фильтр "белая лента", промывают горячей водой с небольшим количеством аммиака, переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, где производилось осаждение, приливают 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной I:I и растворяют при нагревании. Если осадок не растворяется, то добавляют от I до 2 капель пергидроля и выпаривают до объема 40 $см^3$.

К охлажденному раствору прибавляют аммиак водный до выпадения гидроокисей, которые затем растворяют в 4н соляной кислоте, прибавляя последнюю осторожно до полного растворения гидроокисей и избыток 6 $см^3$. Приливают I2,5 $см^3$ сернистокислого натрия и кипятят до восстановления трехвалентного железа. В охлажденный раствор приливают I8 $см^3$. 4н соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью I00 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть 50$см^3$ помещают в сухую коническую колбу вместимостью I00 $см^3$, медленно при постоянном перемешивании приливают 4,5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, выдерживают I0 мин и измеряют оптическую плотность на фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 650 до 700 нм или на спектрофотометре при длине волны 670 нм, в кювете с толщиной слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют оставшийся раствор без добавления раствора молибденовокислого аммония.

6.4. Обработка результатов

6.4.I. Массовую долю фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot D_1 \cdot 100}{D_2 \cdot m},$$

где C – массовая доля фосфора в стандартном образце или в стандартном растворе,г;

D_1 – оптическая плотность анализируемого раствора;

D_2 – оптическая плотность стандартного раствора;

m – масса навески,г.

7. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.I. Требования безопасности указаны в РД РТМ 26-362-80

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

Директор В.А.Самойлов
Заместитель директора А.Г.Ламзин
Заведующий отделом стандартизации Ю.А.Гук
Заведующий отделом № 29 А.П.Окенко
Заведующая лабораторией В.В.Раевская
Старший научный сотрудник Ю.К.Максимец

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

I. Гиллебранд В.Ф. Практическое руководство по неорганическому анализу, Госхимиздат, Москва, I957.
2. Дымов А.М. Технический анализ. М., "Металлургия", I964.
3. Степин В.В., Силаева Е.В. и др. Анализ черных металлов, сплавов и марганцевых руд. М., Изд-во черной и цветной металлургии, I964.
4. Теплоухов В.И. Экспресс-анализ стали. М., Изд-во черной и цветной металлургии, I96I.
5. Пешкова В.М., Громова М.И. Практическое руководство по спектрофотометрии и колориметрии. М., Изд-во МГУ, I965.
6. Химический и спектральный анализ в металлургии. Практическое руководство. М., "Наука", I965.
7. Конкин В.Д., Клемешов Г.А., Никитина О.И. Методы химического, физикохимического и спектрального анализа сырья, металла и шлака на металлургических заводах. Харьков, Изд-во черной и цветной металлургии, I96I.
8. Бабко А.К., Марченко А.В., Фотометрический анализ. Методы определения неметаллов, М., "Химия", I974.
9. Шарло Г., Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений, М., "Химия", I966.
I0. Редкоземельные элементы. Изд-во Академии наук СССР, Москва, I963.
II. Сендел Е. Колориметрические методы определения следов металлов, Изд-во "Мир", Москва, I964.
I2. Коростелев П.П. Реактивы и растворы в металлургическом анализе. Москва, Изд-во "Металлургия", I977.
I3. Редкоземельные элементы. Изд-во Академии наук СССР, Москва, I963.
I4. Васильева М.Т., Малыкина В.М. и др. Анализ бора и его соединений, М., Атомиздат, I965.
I5. Конкин В.Д., Михарева В.И. Комплексонометрический анализ, Издательство "Техника", Киев, I964.
I6. Еремин Ю.Г., Раевская В.В. и др. "Заводская лаборатория", I964, № I2.

17. Еремин Ю.Г., Раевская В.В., Романов П.Н. Известия высших учебных заведений. "Химия и химическая технология", т.IX, вып.6, 1966.
18. Еремин Ю.Г., Раевская В.В., Романов П.Н. "Журнал аналитической химии", 1966, т.XXI, II, стр.1303
19. Еремин Ю.Г., Раевская В.В., Романов П.Н. "Заводская лаборатория", 1962, № 2.
20. ГОСТ 12344-66 - ГОСТ 12365-66, ГОСТ 17051-71. Стали (легированные и высоколегированные). Методы химического анализа.
21. ГОСТ 12347-77. Стали легированные и высоколегированные. Методы определения фосфора.
22. ГОСТ 12344-78, ГОСТ 12346-78, ГОСТ 12348-78, ГОСТ 12350-78, ГОСТ 12353-78, ГОСТ 12355-78. Стали легированные и высоколегированные. Методы химического анализа.
23. ГОСТ 22536.0-77 - ГОСТ 22536.13-77. Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы анализа.
24. Мандельштам С.Л. Введение в спектральный анализ. Гостехиздат, 1946.
25. Свентицкий Н.С. Визуальные методы эмиссионного спектрального анализа, М., 1961.
26. Куделя Е.С. "Заводская лаборатория", 1951, № 1, 1952, № 4.
27. Зимина А.А. "Заводская лаборатория", 1953, № 1.
28. Белькевич Я.П. Полуколичественный анализ сталей на стилоскопе. Судпромгиз, 1957.
29. Никифорова Е.Ф. Руководство по спектральному анализу черных металлов на стилоскопе. Трансжелдориздат, 1950.
30. Свентицкий Н.С. Стилоскоп. Гостехиздат, 1948.
31. Ломоносова Л.С., Фалькова О.Б. Спектральный анализ. М., Металлургиздат, 1958.
32. Бураков В.С., Янковский А.А. Практическое руководство по спектральному анализу. Изд-во АН БССР, 1960.
33. Кустанович И.М. Спектральный анализ. М., Госиздат, 1962.
34. Фотоэлектрические методы спектрального анализа. Сб., Оборонгиз, 1961.
35. Фишман И.С. Методы количественного спектрального анализа. Казань, Изд-во Казанского университета, 1962.
36. Славный В.А., Абрамсон И.С. Материалы семинара по проблеме повышения точности, чувствительности и правильности спектрального анализа. Сб., т.I, МДНТИ, 1964.

37. Шаевич А.Б. Некоторые вопросы эмиссионной и молекулярной спектроскопии. М., Металлургиздат, 1960.
38. Нагибина И.М., Прокофьев В.К. Спектральные приборы и техника спектроскопии. Л., Машгиз, 1963.
39. Охрана труда в научных учреждениях Академии Наук СССР. Наука, 1972.
40. Сборник типовых инструкций по охране труда. Москва, Недра, 1978.

Приложение

Текущие, капитальные и приведенные затраты
на выполнение одного анализа (химическими методами)

Определяемый элемент	Наименование метода анализа		Текущие затраты		Капитальные вложения		Приведенные затраты	
	ГОСТ	РТМ	ГОСТ	РТМ	ГОСТ	РТМ	ГОСТ	РТМ
I	2	3	4	5	6	7	8	9
Углерод	Кулонометрический	Кулонометрический	0,54	0,20	0,32	0,II	0,59	0,22
	Газообъемный		0,75		0,I8		0,78	
Фосфор в углеродистых сталях	Фотоколориметрический	Фотоколориметрический	I,88	0,86	0,I7	0,08	I,9I	0,87
	Объемный		2,52		0,I7		2,55	
Фосфор в легированных сталях	Титриметрический	Экстракционно-фотометрический	I,89	I,20	0,04	0,07	I,90	I,2I
	Фотометрический		I,57		0,I05		I,59	
	Метод с массовой долей вольфрама		2,84		0,04		2,85	
	Экстракционно-фотометрический		I,65		0,I45		I,67	

Продолжение приложения

I	2	3	4	5	6	7	8	9
Кремний в легированных сталях	Фотометрический	Фотоколориметрический	2,85	0,65	I,96	0,02	3,I4	0,65
	Гравиметрический		I,73		0,I3		I,75	
Кремний в углеродистых сталях	Весовой серноазотнокислотный	Фотоколориметрический	0,88	0,65	0,04	0,0I	0,89	0,65
	Весовой солянокислотный		0,94		0,04		0,95	
	Весовой хлорнокислотный		0,92		0,04		0,93	
	Фотоколориметрический		I,82		0,09		I,83	
Никель в легированных сталях	Весовой метод	Дифференциальный спектрофотометрический	2I,82	8,68	9,74	I,40	23,28	8,89
Медь в легированных сталях	Экстракционно-фотометрический	Фотоколориметрический	4,88	I,58	3,50	0,07	5,4I	I,59
	Фотометрический		3,85		3,53		4,38	
	Полярографический		3,60		0,I8		3,63	

1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Титриметрический		2,78		0,25		2,82	
	Гравиметрический		2,60		0,32		2,65	
	Атомно-абсорбционный		2,90		I,50		3,I3	
Цирконий в легированных сталях	Весовой купферронофосфатный	Фотоколориметрический	II,08	2,02	0,I8	0,25	II,II	2,06
Молибден в легированных сталях	Весовой плюмбатный	Фотоколориметрический	3,94	I,86	0,22	0,26	3,97	I,90
	Фотоколориметрический		4,II		0,44		4,I8	
Ванадий в легированных сталях	Объемный метод	Фотоколориметрический	2,65	0,87	0,04	0,08	2,66	0,88
	Потенциометрический		2,90		I,I5		3,97	
Алюминий в легированных сталях	Весовой с электролизом	Фотоколориметрический	5,67	I,57	0,52	0,I7	5,75	I,60
	Весовой фторидный		5,78		0,20		5,8I	

Продолжение приложения

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Кобальт в легированных сталях	Фотометрический (0,1-0,5%)	Фотоколориметрический	I,28	0,78	0,7I	0,06	I,39	0,79
	Фотометрический (0,5-3,0%)		I,37		0,7I		I,48	
Мышьяк в углеродистых сталях	Объемный	Фотоколориметрический	2,37	I,69	0,03	0,I7	2,37	I,72
	Фотоколориметрический		4,60		0,I6		4,62	
Бор в легированных сталях	Колориметрический с хинализарином	Экстракционно-фотометрический	4,77	I,26	I,I5	0,I7	4,94	I,29
	Колориметрический с кармином		4,75		I,08		4,9I	
	Потенциометрический		5,07		I,98		5,37	
Ниобий в легированных сталях	Весовой гидролитический	Фотоколориметрический	I6,I4	3,2I	I,06	0,33	I6,30	3,26
	Весовой с таннином		7,44		0,39		7,50	
	Фотоколориметрический		7,23		0,74		7,34	

1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Фотоколориметрический роданидный		7,32		0,74		7,43	
Церий в легированных сталях	Фотоколориметрический	Фотоколориметрический	I7,I5	I4,54	I,73	2,32	I7,4I	I4,87

Примечания к приложению:

текущие затраты на выполнение одного анализа складываются из суммы зарплаты лаборантов, аммортизации на оборудование, занятого при выполнении анализа и стоимости химических реактивов, применяемых для одного анализа;

капитальные вложения включают в себя стоимость оборудования, относимого на выполнение одного анализа;

приведенные затраты включают в себя текущие затраты и капвложения, умноженные на нормативный коэффициент, равный 0.I5.

СОДЕРЖАНИЕ

РД РТМ 26-362-80 Методы химического анализа чугунов и сталей 2

I. Общие требования к методам анализа . 2
2. Кулонометрический метод определения общего углерода 4
3. Газообъемный метод определения углерода 7
4. Объемный метод определения серы . . 11
5. Фотоколориметрический метод определения фосфора в чугунах, углеродистых и низколегированных сталях . . . 16
6. Экстракционно-фотометрический метод определения фосфора в чугунах, низколегированных и высоколегированных сталях 18
7. Фотоколориметрический метод определения фосфора и кремния в углеродистых сталях и чугунах (из одной навески) 20
8. Фотоколориметрический метод определения кремния в сталях 23
9. Фотоколориметрический метод определения кремния в чугунах 27
I0. Объемный персульфатно-серебряный метод определения марганца в углеродистых и низколегированных сталях, содержащих менее 2,0% хрома 29
II. Объемный персульфатно-серебряный метод определения марганца в высоколегированных сталях 31
I2. Фотоколориметрический метод определения марганца в высоколегированных сталях 33
I3. Фотоколориметрический метод определения хрома (0,0I-0,05%) 35

I4. Объемный персульфатно-серебряный метод определения хрома (0,60-35%) 37
I5. Объемный персульфатно-серебряный метод определения хрома (0,6-35%) с фенилантраниловой кислотой в сталях, не содержащих ванадий 41
I6. Фотоколориметрический метод определения никеля (0,025-0,5%) в углеродистых и низколегированных сталях с диметилглиоксимом 43
I7. Фотоколориметрический метод определения никеля (0,5-I0%) в легированных сталях 45
I8. Дифференциальный спектрофотометрический метод определения никеля в легированных сталях 46
I9. Фотоколориметрический метод определения титана (0,005-3,5%) с диантипирилметаном 48
20. Фотоколориметрический метод определения титана (0,I-3,0%) в сталях, не содержащих ванадий 50
2I. Фотоколориметрический метод определения меди в углеродистых и низколегированных сталях 52
22. Фотоколориметрический метод определения меди в легированных сталях . . 54
23. Фотоколориметрический метод определения циркония 56
24. Фотоколориметрический метод определения молибдена (0,05-I,0%) в слаболегированных сталях 58
25. Фотоколориметрический метод определения молибдена (0,5-3,0%) в высоколегированных сталях 61
26. Фотоколориметрический метод определения ванадия с фенилантраниловой кислотой 62

РД РТМ 26-362-80

27. Фотоколориметрический метод определения ванадия в виде фосфорно-вольфрамованадиевого комплекса . . . 64
28. Фотоколориметрический метод определения алюминия 66
29. Фотоколориметрический метод определения вольфрама (0,01-0,15%) 69
30. Фотоколориметрический метод определения вольфрама (свыше 0,15%) . . . 72
31. Фотоколориметрический метод определения кобальта 74
32. Фотоколориметрический метод определения мышьяка 77
33. Экстракционно-фотометрический метод определения тантала 79
34. Экстракционно-фотометрический метод определения бора в углеродистых и низколегированных сталях 82
35. Экстракционно-фотометрический метод определения бора в высоколегированных сталях 85
36. Фотоколориметрический метод определения ниобия (0,005-0,1%) в сталях, не содержащих молибден и ванадий 86
37. Фотоколориметрический метод определения ниобия (свыше 0,1%) в сталях, не содержащих молибден и ванадий 88
38. Фотоколориметрический метод определения ниобия (0,005-0,1%) в низколегированных сталях, содержащих молибден, ванадий и вольфрам 89
39. Фотоколориметрический метод определения ниобия (свыше 0,1%) в сталях, содержащих молибден, ванадий 92

РД РТМ 26-362-80

40. Фотоколориметрический метод определения церия и других редкоземельных элементов в углеродистых и низколегированных сталях 93
41. Фотоколориметрический метод определения церия и других редкоземельных элементов в высоколегированных сталях 97
42. Определение азота методом отгонки в виде аммиака 98
43. Требования безопасности 102

РД РТМ 26-363-80

Методы химического анализа сплавов типа монель-металл 106
1. Общие требования к методам анализа 106
2. Дифференциальный метод определения никеля 106
3. Определение меди 108
4. Определение титана 110
5. Определение железа (0,1-0,5%) . . 111
6. Комплексонометрический метод определения железа (0,5-10%) . . . 113
7. Требования безопасности 114

РД РТМ 26-364-80

Методы химического анализа основных элементов в ферросплавах 115
1. Общие требования к методам анализа 115
2. Объемный перманганатометрический метод определения марганца в ферромарганце 115
3. Комплексонометрический метод определения молибдена в ферромолибдене 117
4. Комплексонометрический метод определения вольфрама в ферровольфраме 119

РД РТМ 26-364-80

5. Персульфатно-серебряный метод определения хрома в феррохроме 121
6. Объемный метод определения ванадия в феррованадии 123
7. Фотоколориметрический метод определения титана в ферротитане 124
8. Требования безопасности 125

РД РТМ 26-365-80

Методы химического анализа сварочных флюсов и электродных обмазок . 126
I. Общие требования к методам анализа 126
2. Весовой метод определения окиси кремния 126
3. Комплексонометрический метод определения общего железа и алюминия 128
4. Комплексонометрический метод определения кальция, магния и марганца 130
5. Объемный метод определения фтористого кальция 133
6. Фотоколориметрический метод определения фосфора 135
7. Требования безопасности 137

РД РТМ 26-366-80

Спектральные методы анализа сталей 138
I. Общие требования к методам анализа 138
2. Фотографические методы 138
3. Фотоэлектрические методы . . . 148
4. Правила безопасности при работе в спектральной лаборатории . . . 152
Список литературы 155
Приложение 158

gost.e-ecolog.ru