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 ОСНОВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ФЕРРОСПЛАВАХ

Настоящий руководящий технический материал распространяется на химические методы анализа основных элементов в ферросплавах: ферромарганца, ферромолибдена, ферровольфрама, феррохрома, феррованадия, ферротитана.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

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

2. ОБЪЕМНЫЙ ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА В ФЕРРОМАРГАНЦЕ

2.I. Сущность метода

Метод основан на окислении ионов двухвалентного марганца до четырехвалентного марганцовокислым калием, в горячем (не ниже 80°С) растворе, нейтрализованном окисью цинка и содержащем ее в избытке. Эта реакция протекает нестехиометрически вследствие образования некоторого количества манганатов двухвалентного марганца, переходящих в осадок.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, разбавленная I:I.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Цинка окись по ГОСТ 10262-73, суспензия; готовят следующим образом: от 20 до 25 г окиси цинка растирают с небольшим количест-

вом воды до пастообразного состояния и разбавляют водой до 120-130 см³. Перед употреблением смесь хорошо размешивают стеклянной палочкой для придания ей однородной консистенции.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, титрованный раствор; готовят следующим образом: 12 г марганцовокислого калия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Титр раствора марганцовокислого калия устанавливают по стандартному образцу ферромарганца в условиях проведения анализа и вычисляют по формуле

$$T = \frac{A \cdot m}{v \cdot 100},$$

где A – массовая доля марганца в стандартном образце,%;

m – масса навески стандартного образца,г;

v – объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование марганца, содержащегося во взятой навеске стандартного образца, см³.

2.3. Проведение анализа

Навеску ферромарганца массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения упаривают досуха. К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты, плотностью 1,19 г/см³ и нагревают до растворения солей. Раствор переводят в коническую колбу вместимостью 750 см³, разбавляют горячей водой до объема от 400 до 500см³ и, осторожно перемешивая, прибавляют небольшими порциями окись цинка, до полной коагуляции образующегося осадка гидроокисей, и избыток от 1 до 1,5 г.

Подготовленный таким образом раствор нагревают до 80°С и, придав жидкости вращательное движение, титруют раствором марганцовокислого калия, прибавляя его небольшими порциями. После каждой порции взбалтывают от 2 до 3 раз содержимое колбы и, наклонив ее, наблюдают окраску раствора над осевшим осадком. После появления розовой окраски раствор нагревают до температуры от 90 до 95°С и, если розовая окраска после этого не исчезает, первое ориентировочное титрование считают законченным.

Титрование второй навески, более точное, производят, приливая сразу все количество титрованного раствора марганцовокислого калия, но на 0,5-1,0 см³ меньше, чем потребовалось для первого титрования,

а затем порциями по 0,1-0,2 $см^3$ до появления устойчивой в течение 1 мин розовой окраски.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю марганца (Х) в процентах вычисляют по формуле

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

где V – объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, $см^3$;

T – титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в граммах марганца;

m – масса навески ферромарганца, г.

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА В ФЕРРОМОЛИБДЕНЕ

3.1. Сущность метода

Метод основан на косвенном комплексонометрическом определении молибдена. Шестивалентный молибден предварительно осаждают раствором азотнокислого свинца, избыток которого оттитровывают раствором трилона Б при pH=5 с индикатором ксиленоловым оранжевым.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, разбавленная 1:1 и 1:3.

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

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

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117-78, 20%-ный раствор.

Индикаторная бумажка "конго".

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

Свинец азотнокислый, 0,1н раствор; готовят следующим образом: 16,561 г азотнокислого свинца растворяют в воде, добавляют 3 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 $г/см^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

Трилон Б по ГОСТ 10659-73, 0,1н титрованный раствор; готовят следующим образом: 18,6 г соли трилона Б растворяют в воде,

фильтруют в мерную колбу вместимостью 1л, доводят до метки водой и перемешивают.

Титр раствора трилона Б устанавливают по стандартному образцу ферромолибдена в условиях проведения анализа.

Соотношение (С) объемов растворов азотнокислого свинца и трилона Б устанавливают следующим образом: 10 $см^3$ 0,1н раствора азотнокислого свинца помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 20 $см^3$ уксуснокислого аммония, от 0,1 до 0,15 г ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски индикатора из яркокрасной в желтую.

3.3. Проведение анализа

Навеску ферромолибдена массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$, приливают 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:3, 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1 и растворяют при нагревании. По окончании растворения приливают от 150 до 200 $см^3$ горячей воды и осаждают железо и медь раствором едкого натра, приливая последний до полного выделения гидроокиси железа и еще 20 $см^3$ избыток. Раствор с выпавшим осадком кипятят в течение 5 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, отбрасывая первые порции фильтрата. 250 $см^3$ отфильтрованного раствора помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$, нагревают до кипения, приливают азотную кислоту, разбавленную 1:1 до изменения цвета индикаторной бумажки "конго" в синий. После этого приливают раствор уксуснокислого аммония до изменения цвета бумажки "конго" в красный цвет и избыток 20 $см^3$. К подготовленному горячему раствору, при постоянном помешивании, прибавляют 20 $см^3$ раствора азотнокислого свинца. Содержимое стакана с выпавшим осадком молибдата свинца кипятят в течение 5 мин, охлаждают и переводят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, перемешивают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ через плотный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. 250 $см^3$ отфильтрованного раствора переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют от 0,15 до 0,20 г индикатора ксиленолового оранжевого и титруют не связанный с молибденом свинец раствором трилона Б, прибавляя его осторожно по каплям и постоянно помешивая испытуемый раствор, до перехода окраски индикатора из яркокрасной в желтую.

3.4. *Обработка результатов*

3.4.1. Массовую долю молибдена (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot (v - C v_1) \cdot 100}{m},$$

где T – титр раствора трилона Б, выраженный в граммах молибдена;

v – объем раствора азотнокислого свинца, взятый с некоторым избытком для осаждения молибдена, $см^3$;

C – соотношение между титрованными растворами азотнокислого свинца и трилона Б, $см^3$;

v_1 – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование избытка азотнокислого свинца, $см^3$;

m – масса навески с учетом разведения, г.

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА В ФЕРРОВОЛЬФРАМЕ

4.1. Сущность метода

Метод основан на косвенном комплексонометрическом определении вольфрама.

Вольфрамовую кислоту выделяют кислым гидролизом, растворяют в аммиачном растворе и при pH=5,0 осаждают титрованным раствором азотнокислого свинца, избыток которого титруют трилоном Б с индикатором ксиленоловым оранжевым.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484-78.

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

Желатина пищевая по ГОСТ 11293-78, 1%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117-78, 20%-ный раствор.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236-77, 0,1н раствор; приготовление указано в п.3.2.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор: 0,2 г ксиленолового оранжевого растирают с 20 г хлористого натрия.

Трилон Б по ГОСТ 10659-73, 0,1н раствор; приготовление указано в п.3.2.

Титр раствора трилона Б устанавливают по стандартному образцу ферровольфрама в условиях проведения анализа.

Соотношение (С) объемов растворов азотнокислого свинца и трилона Б устанавливают, как указано в п.3.2.

4.3. *Проведение анализа*

Навеску ферровольфрама массой 0,1 г помещают в платиновую чашку, приливают по 10 $см^3$ азотной и фтористоводородной кислот, нагревают до полного растворения навески и выпаривают досуха, приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, снова выпаривают досуха, затем прокаливают до полного удаления окислов азота. К остатку приливают 10 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$, 25 $см^3$ горячей воды и переносят содержимое чашки в стакан вместимостью 400 $см^3$. Платиновую чашку тщательно обмывают небольшими порциями соляной кислоты, горячей водой, а затем несколькими каплями аммиачного раствора. В стакан приливают 10 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 $г/см^3$, 5 $см^3$ раствора желатины и кипятят в течение 5 мин, после чего дают отстояться в теплом месте в течение 30 мин. Осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают через два плотных фильтра и от 10 до 12 раз промывают горячей соляной кислотой, разбавленной 1:10. Промытый осадок вместе с фильтром переносят в стакан, где проводилось осаждение, приливают 5 $см^3$ раствора аммиака, стараясь приливать его непосредственно на осадок, 50 $см^3$ горячей воды и кипятят в течение 5 мин. Выделившийся при кипячении небольшой осадок гидроокиси железа, титана, а также графит и карбиды хрома отфильтровывают через два плотных фильтра и промывают от 8 до 10 раз горячей аммиачной водой, содержащей в 1 л 5 $см^3$ раствора аммиака, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 $см^3$. Содержимое стакана кипятят до удаления аммиака. В раствор вносят индикаторную бумагу "конго" и приливают соляную кислоту, разбавленную 1:1 до перехода окраски бумажки в синюю, при этом раствор может помутнеть вследствие выделения вольфрамовой кислоты. Затем осторожно, по каплям, прибавляют раствор аммиака до полного просветления раствора и перехода окраски бумажки "конго" в красную, добавляют 10 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония и 15 $см^3$ раствора азотнокислого свинца. Раствор с выделившимся осадком вольфрамата свинца кипятят в течение 2 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят до метки водой и перемеши-

вают. Отфильтровывают аликвотную часть в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония, от 0,1 до 0,15 г индикатора ксиленолового оранжевого и титруют не связанный с вольфрамом свинец раствором трилона Б до перехода окраски индикатора из яркокрасной в желтую.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю вольфрама (х) в процентах вычисляют по формуле

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

где T – титр раствора трилона Б, выраженный в граммах вольфрама;

V – объем раствора азотнокислого свинца, взятый с некоторым избытком для осаждения вольфрама, $см^3$;

C – соотношение между титрованными растворами азотнокислого свинца и трилона Б;

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

m – масса навески с учетом разведения, г.

5. ПЕРСУЛЬФАТНО-СЕРЕБРЯНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА В ФЕРРОХРОМЕ

5.1. Сущность метода

Метод основан на окислении хрома до хромат иона в сернокислой среде действием надсернокислого аммония в присутствии катализатора-азотнокислого серебра. Хромат ион восстанавливают двойной сернокислой солью закиси железа и аммония (солью Мора) и оттитровывают избыток последней раствором марганцовокислого калия.

5.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:2.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435-77, 5%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, 0,25%-ный раствор. Хранят в посуде из темного стекла.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478-75, 40%-ный раствор.

Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208-72, титрованный раствор; готовят следующим образом: 70 г реактива растворяют в 300см^3 воды, содержащей 40 см^3 серной кислоты плотностью 1,82 г/см^3, разбавляют до объема 1 л водой и перемешивают.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, 0,2н титрованный раствор; готовят следующим образом: 6,32 г реактива растворяют в 1 л воды и переносят в склянку из темного стекла. Титр раствора марганцовокислого калия устанавливают не ранее следующего дня по стандартному образцу феррохрома в условиях проведения анализа.

5.3. Проведение анализа

Навеску массой от 0,1 до 0,2г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 30 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:2 и растворяют при нагревании. В высокоуглеродистом феррохроме для более полного разложения навески раствор упаривают дважды до паров серной кислоты. Затем прибавляют 5 см^3 азотной кислоты и снова дважды упаривают до паров серной кислоты. К раствору добавляют 300 см^3 воды, 10 см^3 ортофосфорной кислоты и 10см^3 раствора азотнокислого серебра, нагревают до кипения, приливают 30 см^3 раствора надсернокислого аммония и кипятят несколько минут до появления фиолетово-красной окраски марганцовой кислоты. Если феррохром не содержит марганца, то к раствору добавляют от 3 до 4 капель раствора сернокислого марганца. К полученному раствору приливают 10 см^3 раствора хлористого натрия и кипятят от 8 до 10 мин для разрушения окраски марганцовой кислоты.

В охлажденный раствор прибавляют из бюретки точно отмеренное количество раствора соли Мора до полного восстановления хромовой кислоты. Избыток соли Мора титруют раствором марганцовокислого калия до появления слаборозовой окраски.

Одновременно устанавливают соотношение между растворами соли Мора и марганцовокислого калия. Для этого в коническую колбу вместимостью 100см^3 приливают из бюретки 20 см^3 раствора соли Мора, 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают и титруют раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски.

5.4. Обработка результатов

5.4.I. Массовую долю хрома (х) в процентах вычисляют по формуле

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

где T – титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в граммах хрома;

C – соотношение между титрованными растворами соли Мора и марганцовокислого калия;

V – объем раствора соли Мора, взятый с некоторым избытком для восстановления хрома, $см^3$;

V_1 – объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка раствора соли Мора, $см^3$;

m – масса навески образца, г.

6. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ В ФЕРРОВАНАДИИ

6.I. Сущность метода

Метод основан на окислении ванадия раствором марганцовокислого калия до пятивалентного с последующим восстановлением его титрованным раствором соли Мора в присутствии индикатора фенилантраниловой кислоты.

6.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная I:4 и I:2.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4I68-79, 5%-ный раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691-77.

Кислота фенилантраниловая, 0,2%-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, 0,I%-ный раствор.

Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208-72, 0,Iн титрованный раствор; готовят следующим образом: 39,2 г реактива растворяют в 500 $см^3$ воды, прибавляют осторожно 30$см^3$ серной кислоты плотностью I,82 г/$см^3$ и разбавляют водой до объема I л.

Титр раствора соли Мора устанавливают по стандартному образцу феррованадия в условиях проведения анализа.

6.3. Проведение анализа

Навеску феррованадия массой 0,25 г помещают в коническую колбу, вместимостью 500 $см^3$, приливают 25 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:4 и растворяют при нагревании. По окончании растворения прибавляют от 2 до 3 $см^3$ азотной кислоты и нагревают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в объеме от I00 до I50 $см^3$ горячей воды, охлаждают, приливают I0 $см^3$ ортофосфорной кислоты и окисляют ванадий до пятивалентного состояния раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 2 минут, избыток которого восстанавливают раствором азотистокислого натрия, прибавляя последний по каплям, вносят 2 г мочевины, перемешивают, дают отстояться I мин, прибавляют I00 $см^3$ серной кислоты, разбавленной I:2, от 6 до 8 капель фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода фиолетово-розовой окраски в зеленую.

6.4. Обработка результатов

6.4.I. Массовую долю ванадия (х) в процентах вычисляют по формуле

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

где T – титр раствора соли Мора, выраженный в граммах ванадия;

V – объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, $см^3$;

m – масса навески образца, г.

7. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА В ФЕРРОТИТАНЕ

7.I. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в интенсивно желтый цвет соединения титана с перекисью водорода в сернокислой среде.

7.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная I:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

Пергидроль по ГОСТ I0929-76.

7.3. Проведение анализа

Навеску ферротитана массой 0,I г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 25 $см^3$ серной кислоты, разбавлен-

ной I:3 и растворяют при нагревании. По окончании растворения прибавляют азотную кислоту по каплям до прекращения вспенивания. Кипятят до удаления окислов азота, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть I0 $см^3$ помещают в мерную колбу вместимостью I00 $см^3$, приливают 0,5 $см^3$ ортофосфорной кислоты, I $см^3$ пергидроля, доводят до метки водой и перемешивают.

Через 5 мин измеряют оптическую плотность на фотоколориметре, со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 400 до 450 нм или на спектрофотометре при длине волны 4I0 нм, в кювете с толщиной слоя от I0 до 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть анализируемого раствора без введения пергидроля.

7.4. Обработка результатов

7.4.I. Массовую долю титана (X) в процентах по методу сравнения вычисляют по формуле

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

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

D_1 – оптическая плотность анализируемого раствора;

D_2 – оптическая плотность стандартного раствора;

m – масса навески,г.

8. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

8.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.Оксенко
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