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

РУКОВОДЯЩИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ

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

СПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА СТАЛЕЙ

Настоящий руководящий технический материал распространяется на проведение контроля химического состава углеродистых, легированных, конструкционных и высоколегированных сталей, а также материалов сварных швов на основные маркировочные и легирующие элементы методом спектрального анализа.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

I.I. Пробы стали для спектрального анализа отбирают по соответствующим стандартам или техническим условиям, применяемым для данного материала, пробы должны иметь однородную мелкозернистую структуру.

I.2. Состояние поставки эталонов (в качестве которых используют ГСО ИСО ЦНИИЧМ, а также вторичные производственные СОП) и проб должно быть одинаковым.

I.3. Массы эталонов и проб не должны отличаться значительно и должны быть не менее 30 г.

I.4. Чистота заточки поверхности эталонов и проб должна быть $R \geq 20$

2. ФОТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

2.I. Определение хрома, никеля, марганца, кремния в углеродистых сталях

2.I.I. Назначение

Методика предназначена для определения хрома, никеля, марганца, кремния в сталях марок Ст.3, Ст.5 и др. по ГОСТ 380-71, в сталях марок 20, 40, 45 и др. по ГОСТ 1050-74.

2.1.2. Аппаратура, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Кварцевый спектрограф средней дисперсии типа ИСП-22, ИСП-28 или ИСП-30.

Генератор дуги типа ДГ-2.

Генератор искры типа ИГ-3.

Микрофотометр МФ-2 или МФ-4.

Спектропроектор ПС-18.

Точильный станок с электрокорундовыми кругами зернистости № 36-64.

Набор напильников (для заточки эталонов и проб).

Устройство или приспособление для заточки металлических и угольных электродов.

Комплекты ГСО ИСО ЦНИИЧМ - 12; 53; 76; 77 и их заменяющие.

Постоянные электроды-прутки ϕ от 6 до 8 мм из электролитической меди марки М-1 по ГОСТ 859-78 и прутки ϕ 6 мм из спектрально чистых углей марки $С_1$, $С_2$, $С_3$.

Фотопластинки "спектральные", тип I, II.

Калий бромистый по ГОСТ 4160-74.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627-74.

Натрий сернистокислый (натрий сульфит) кристаллический по ГОСТ 429-76.

Метол (пара-метиламинофенолсульфит) по ГОСТ 5-1177-71.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83-79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215-66.

2.1.3. Подготовка к анализу

С торцевой поверхности пробы стали при помощи наждачного круга снимается слой 1 мм, затем проба затачивается напильником, качество поверхности должно быть не менее, чем $R \geq 20$. Медные электроды затачиваются на конус 90°, скругленный радиусом от 1,5 до 2,0 мм. Угольные электроды затачивают на усеченный конус с диаметром площадки от 1,0 до 1,5 мм. Источник света фокусируют на щель спектрального аппарата с помощью кварцевого конденсора с фокусным расстоянием 75 мм или трехлинзовой системы освещения. Уста-

новка линз производится на расстояниях, указанных в паспорте к спектрографу. Ширина щели спектрального аппарата от 0,012 до 0,015 мм.

2.I.4. Источник возбуждения спектра

В качестве источников возбуждения спектра используются дуга переменного тока (генератор ДГ-2) и высоковольтная искра (генератор ИГ-3). Основные параметры разрядного контура приведены (в табл.I, 2).

Таблица I

Дуга переменного тока

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров
Ток дуги, А	От 3 до 4
Фаза поджига, град	90
Вспомогательный промежуток,мм	0,7; 0,8
Аналитический промежуток,мм	От I,5 до 2,0

Таблица 2

Высоковольтная искра

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров
Емкость, мкФ	0,0I
Индуктивность, мкГ	От I0 до 50
Количество дуг за полупериод питающего тока	От I до 2
Задающий искровой промежуток,мм	3
Аналитический промежуток, мм	От I,5 до 2,0
Схема "сложная"	-

2.I.5. Проведение анализа

Анализ проводят методом "трех эталонов" или фотометрического

интерполирования, описанных в руководствах по спектральному анализу. Заточенные электроды, эталоны, пробы устанавливают в штатив. С помощью теневой проекции устанавливают составляющий аналитический промежуток. Съемку спектров производят с предварительным обжигом 10 с для дуги переменного тока и от 30 до 40 с. для высоковольтной искры. Экспозицию выбирают в зависимости от чувствительности фотоматериалов (почернения аналитических пар должны лежать в области "нормальных"; для фотопластинок тип I область "нормальных" почернений составляет от 0,4 до 2,0). Спектры эталонов и проб фотографируют не менее 3 раз без ослабителя по методу "трех эталонов" и через 9-ступенчатый ослабитель по методу фотометрического интерполирования.

По окончании съемки фотопластинку обрабатывают в стандартном проявителе (раствор А и Б перед проявлением сливается в равных пропорциях).

Раствор А; готовят следующим образом: 1г метола, 26 г натрия сернистокислого, 5г гидрохинона, 1г калия бромистого растворяют в 500см^3 воды.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20г натрия углекислого растворяют в 500см^3 воды.

Время проявления указывается на пачках фотопластинок, температура раствора должна быть от 18 до 20°С. После проявления фотопластинку следует ополоснуть в воде или стоп-растворе (2,5%-ный раствор уксусной кислоты), отфиксировать.

Фиксаж готовят следующим образом: 200 г натрия серноватистокислого; 27 г аммония хлористого растворяют в 500см^3 дистилированной воды.

После фиксирования фотопластинку тщательно промывают в проточной холодной воде и сушат.

2.1.6. Фотометрирование

В случае метода "трех эталонов" обработка спектрограмм производится на микрофотометре МФ-2 или МФ-4. Щель микрофотометра от 0,15 до 0,25 мм, в зависимости от ширины спектральных линий. При методе фотометрического интерполирования оценка содержания анализируемых элементов производится визуально на спектропроекторе ПС-18.

2.1.7. Аналитические линии

Для анализа рекомендуются следующие аналитические пары (в нм):

а) дуговое возбуждение:

Cr 267,7 - Fe 268,3
Ni 305,0 - Fe 305,5
Mn 293,3 - Fe 292,6
Si 250,6 - Fe 250,7

б) искровое возбуждение:
Cr 267,7 - Fe 268,9
Ni 341,4 - Fe 341,3
Mn 293,3 - Fe 293,6

2.1.8. Построение градуировочного графика

При использовании метода "трех эталонов" градуировочные графики строят в координатах (ΔS , $lg C$), при методе фотометрического интерполирования соответственно в

$$\left(lg\frac{J_{эл}}{J_{Fe}}, lg C\right) ,$$

где ΔS – разность почернений определяемого элемента и линий сравнения железа;
$lg C$ – логарифм концентрации;
$J_{эл}$ – интенсивность линии определяемого элемента;
J_{Fe} – интенсивность линий железа.

2.1.9. Ошибка воспроизводимости

Квадратичная ошибка воспроизводимости в зависимости от определяемой концентрации составляет от 2 до 5%.

2.2. Определение хрома, никеля, марганца, кремния, меди, ванадия, молибдена, алюминия, вольфрама, бора в легированных конструкционных сталях

2.2.1. Назначение

Методика предназначена для определения хрома, никеля, марганца, кремния, алюминия, меди, ванадия, молибдена, вольфрама и бора в сталях марок 40Х, 15ХМ, 38ХМЮА и др. по ГОСТ 4543-71.

2.2.2. Аппаратура, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Для проведения анализа необходимы оборудование и аппаратура, указанные в п.2.1.2. При определении бора целесообразнее использовать приборы большой дисперсии типа СТЭ-1, который надежно разрешает линии B 249,6 нм и Fe 249,7 нм. В качестве эталонов можно использовать комплекты ГСО ИСО ЦНИИЧМ - 20, 21, 22, 28, 29, 32, а также производственные МОП, многократно проанализированные

различными химическими лабораториями. Остальные материалы, а также реактивы для обработки спектрограмм те же, что и при анализе сталей углеродистых (см.п.2.I.2).

2.2.3. Подготовка к анализу

Подготовку проб стали к анализу, установку пробы в штатив производят также, как описано в п.2.I.3. Система освещения 3-линзовая или однолинзовая, линзы устанавливаются на расстояниях, указанных в паспорте к спектрографу. Ширина щели спектрального аппарата от 0,0I2 до 0,0I5 мм. При анализе бора при использовании спектрографов средней дисперсии типа ИСП-30 ширина щели должна составлять от 0,005 до 0,007 мм. Постоянные электроды из меди затачивают, как описано в п.2.I.3. и используют при дуговом возбуждении. Спектрально чистые угольные электроды (см.п.2.I.3) применяют при определении нижеприводимых элементов в высоковольтной искре.

2.2.4. Источник возбуждения спектра

В качестве источника возбуждения спектра используются дуга переменного тока (генератор ДГ-2) и высоковольтная искра (генератор ИГ-3). Основные параметры разрядного контура приведены (в табл.3, 4).

2.2.5. Проведение анализа

Анализ проводят методом "трех эталонов".

Установку электродов, проб, эталонов (ГСО ИСО ЦНИИЧМ СОП) описано в п.2.I.5.

Время предварительного обыскривания для дуги переменного тока I0 с и от 30 до 40 с, для высоковольтной искры от 30 до 40 с.

Эталоны и пробы фотографируют не менее трех раз, экспозицию выбирают в зависимости от чувствительности фотоматериалов. Обработку фотопластинок производят в проявителе и фиксаже того же состава, что и в п.2.I.5.

Таблица 3

Дуга переменного тока

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Ток дуги, А	От 6 до 8	Бор
	от 3 до 4	Хром, марганец,
Фаза поджига, град	90	алюминий, ванадий, вольфрам,

Продолжение табл.3

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Вспомогательный промежуток, мм	0,7; 0,8	молибден, никель
Аналитический промежуток, мм	От I,5 до 2,0	

Таблица 4

Высоковольтная искра

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Емкость, мкф	0,0I	Хром, никель. ванадий, молибден, медь, кремний, марганец
Индуктивность, мкГ	От I0 до 50	
Количество дуг за полупериод питающего тока	I или 2	
Задающий искровой промежуток, мм	3	
Аналитический промежуток, мм	2	
Схема "сложная"	-	

2.2.6. Фотометрирование

Измерение почернений на фотопластинке производят на микрофотометре МФ-2 или МФ-4. Ширину щели микрофотометра устанавливают в пределах от 0,I5 до 0,25 мм в зависимости от ширины спектральной линии.

2.2.7. Аналитические линии

Для концентраций, указанных в (табл.5) рекомендуются аналитические пары линий с использованием дугового и искрового возбуждений,

Таблица 5

Источник возбуждения		Пределы определяемых концентраций, %
дуга переменного тока	высоковольтная искра	
Mn 293,3 - Fe 292,6	Mn 293,3 - Fe 293,6	От 0,100 до 2,900
Cr 267,7 - Fe 268,3	Cr 267,7 - Fe 268,9	От 0,100 до 2,000
Ni 305,0 - Fe 305,5	Ni 239,4 - Fe 239,1	От 0,300 до 2,000
Mo 317,0 - Fe 320,5	Mo 281,6 - Fe 281,8	От 0,100 до 1,000
V 311,0 - Fe 311,6	V 311,0 - Fe 308,3	От 0,100 до 0,700
Si 250,6 - Fe 250,7	Si 251,6 - Fe 251,8	От 0,100 до 0,800
Al 309,2 - Fe 309,4	Al 308,2 - Fe 308,3	От 0,400 до 1,500
W 239,7 - Fe 239,8		От 0,400 до 2,000
B 249,6 - Fe 249,7		От 0,003 до 0,100
	Cu 327,3 - Fe 328,6	От 0,200 до 0,600

2.2.8. Построение градуировочного графика

Графики строят в координатах (ΔS , lg C) (см.п.2.1.8).

2.2.9. Ошибка воспроизводимости

Стандартная (квадратичная) ошибка воспроизводимости составляет от 2 до 5% в зависимости от определяемой концентрации.

Примечание. Проба, поставляемая на анализ, должна отвечать требованиям, изложенным в п.1.1.

2.3. Определение хрома, никеля, марганца, кремния, молибдена, ванадия, ниобия, титана, алюминия, меди в высоколегированных сталях

2.3.1. Назначение

Методика предназначена для определения хрома, никеля, марганца, кремния, молибдена, ванадия, ниобия, титана, алюминия, меди в сталях марок 12Х18Н9, 12Х18Н9Т, 12Х18Н10Т, 10Х17Н13М2Т, 10Х17Н13М3Т, 08Х18Н12Б и др. по ГОСТ 5949-75.

2.3.2. Аппаратура, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Для проведения анализа необходимы те же аппаратура, оборудование, материалы, реактивы, что и в п.2.1.2.

2.3.3. Подготовка к анализу

Пробу стали затачивают при помощи напильника. Качество поверхности должно быть не менее R_z 20. Электроды медные и угольные затачивают по форме, описанной в п.2.I.3. Затем производят фокусировку источника на щель с помощью кварцевого конденсатора или 3-линзовой системы освещения; линзы устанавливают так, как указано в п.2.I.3. Ширина щели спектрографа должна составлять 0,0I2 мм.

2.3.4. Источник возбуждения спектра

В качестве источника возбуждения спектра используются дуга переменного тока (генератор ДГ-2) и высоковольтная искра (генератор ИГ-3). Основные параметры разрядного контура приведены (в таблице 6, 7).

Таблица 6

Дуга переменного тока

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Ток дуги, А	От 3 до 4	Кремний, алюминий
Фаза поджига, град	90	
Вспомогательный промежуток, мм	От 0,7 до 0,8	
Аналитический промежуток, мм	I,5	

Таблица 7

Высоковольтная искра

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Емкость, мкФ	0,0I	Хром, никель, молибден, марганец, ванадий, ниобий, титан, медь
Индуктивность, мкГ	От I0 до 50	
Количество пугов за полупериод питающего тока	I или 2	
Вспомогательный промежуток, мм	3,0	

Продолжение табл.7

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Аналитический промежуток, мм	От I,5 до 2,0	
Схема "сложная"	-	

2.3.5. Проведение анализа

Анализ проводят методом "трех эталонов". Установку электродов, эталонов и проб в штативе производят так, как описано в п.2.I.5. Аналитический промежуток устанавливают по шаблону или теневой проекции в зависимости от системы освещения. Каждую пробу и эталоны экспонируют не менее трех раз, с предварительным обыскриванием I0 с для дуги переменного тока, для высоковольтной искры от 30 до 40 с. Экспозицию выбирают в зависимости от чувствительности фотоматериала. Обработку экспонированной пластинки производят в стандартном проявителе и закрепителе составов, приведенных в п.2.I.5.

2.3.6. Аналитические линии

Для концентраций, указанных (в табл.8) рекомендуются аналитические пары линий.

Таблица 8

Аналитические пары линий, нм	Пределы определяемых концентраций, %
Cr 279,2 - Fe 279,3	От I4,0 до 25,0
Cr 3I4,7 - Fe 3I5,4	
Ni 34I,4 - Fe 34I,3	От 6,0 до I4,0
Ni 30I,2 - Fe 300,9	
Mo 28I,6 - Fe 283,I	От I,5 до 4,5
V 3II,0 - Fe 308,3	От 0,5 до 2,0
Nb 3I9,4 - Fe 3I9,0	От 0,3 до I,5
Ti 308,8 - Fe 304,7	От 0,I до I,0
Mn 293,3 - Fe 293,6	От 0,3 до 2,0
Si 250,6 - Fe 250,7	От 0,3 до I,2
Cu 327,3 - Fe 346,5	От 0,I до 0,6

2.3.7. Фотометрирование и построение градуировочного графика

Фотометрирование производят на микрофотометре МФ-2, МФ-4, ширина щели указывается в п.2.I.6. График строят в координатах (ΔS , $lg C$) (см.п.2.I.8), концентрацию элементов в пробах определяют по градуировочному графику.

2.3.8. Ошибка воспроизводимости

Стандартная (квадратичная) ошибка воспроизводимости в зависимости от концентрации и определяемого элемента составляет от I,8 до 4,5%.

Примечания:

I. Проба, поставляемая на анализ, должна удовлетворять требованиям, изложенным в п.2.I.9.

2. Рекомендуется применение алюминиевых электродов, которые, как показали результаты исследований, проведенных во ВНИИПТхимнефтеаппаратуры, обеспечивают высокую точность и воспроизводимость при форме заточки, описанной в п.2.I.3.

3. Анализ высоколегированных сталей целесообразно производить в нестандартном источнике возбуждения спектра-высокочастотной искре. Исследования показали, что высокочастотная искра обеспечивает точность определения от 2 до 3% при анализе высоких концентраций, пятна обыскривания в диаметре имеют размер от 2 до 3 раз меньший по сравнению с высоковольтной конденсированной искрой, что позволяет проводить анализ сварочных проволок малого диаметра, малогабаритных и многослойных сварных швов.

3. ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

3.I. Назначение

Методики предназначены для определения хрома, марганца, ванадия, молибдена, титана в высоколегированных сталях марок Х18Н9, Х18Н10Т, Х18Н11Б, Х20Н10М2Т, Х20Н10М3Т и др., а также для определения молибдена, ванадия, марганца, хрома в легированных конструкционных сталях.

3.2. Аппаратура, вспомогательное оборудование, материалы

Фотоэлектрический стилометр ФЭС-I.

Штатив ШТ-I6.

Электронный генератор ГЭУ-I.

Точильный станок, набор напильников, устройство или приспособление для заточки электродов.

Комплекты ГСО ИСО ЦНИИЧМ: 9, 27, 45, 46, 94, 29, 2I, 32-й и другие, их заменяющие, а также "вторичные" производственные СОП.

Постоянные электроды диаметром 8 мм из электролитической меди марки М-I по ГОСТ 859-78.

3.3. Подготовка к анализу

Легированные конструкционные стали затачиваются на точильном станке, с торцевой поверхности эталона и пробы. При помощи наждачного камня снимается слой I мм, затем заточка производится напильником. Высоколегированные стали затачиваются напильником. Качество обработки поверхности должно быть не менее Rz 20. Медные электроды затачивают по форме, описанной в п.2.I.3. Источник света фокусируют на щель фотоэлектрического стилометра ФЭС-I растровым конденсором. Вывод источника на оптическую ось, установку растрового конденсора производят согласно описанию прибора.

3.4. Источник возбуждения спектра

В качестве источника возбуждения спектра используется дуга переменного тока с электронным управлением (генератор ГЭУ-I) при различных токах, фаза поджига 90 град, аналитический промежуток составляет I,5 мм.

3.5. Проведение анализа

Анализ проводят по методу "трех эталонов".

Заточенные эталоны, пробы, электроды помещают в штатив ШТ-I6, устанавливают аналитический промежуток I,5 мм так, как описано в руководстве по эксплуатации ФЭС-I, включают дугу и производят экспонирование с предварительным обжигом I0 с. В качестве линии сравнения используют неразложенный свет. Условия накопления и измерения, а также остальные условия анализа приводятся (в таблице 9).

3.6. Построение градуировочного графика

График строят в координатах n , lgc

где n – показание подвижной шкалы потенциометра;

lgc – логарифм концентрации.

Концентрацию элементов в пробе определяют по градуировочному графику.

3.7. Ошибка воспроизводимости

Таблица 9

Определяемый элемент	Содержание, %	Величина дуги, А	Ширина входной щели, мкм	Ширина выходной щели, мкм	Номер фильтра	Условия накопления и измерения	Уровень сигнала неразложенного света	Аналитические линии, нм
Титан в нержавеющих сталях	От 0,2 до I,0	3,5	20	70	3	IO:I I:I	5	499,9
Ниобий в нержавеющих сталях	От 0,3 до I,5	4,0	20	70	3	IO:I 2:I	6	405,9
Молибден в нержавеющих сталях	От I,5 до 4,5	3,0	40	80	без фильтра	20:I I:I	8	553,3
	От 0,7 до I,5	3,0	40	80	"	50:I I:I		
Молибден в конструкционных сталях	От 0,I до 0,7	3,0	40	80	"	I00:I I:I	8	553,3
Ванадий в нержавеющих сталях	От 0,8 до 2,5	2,0	30	80	3	2:I 2:I	6	437,9
Ванадий в конструкционных сталях	От 0,I до 0,8	2,0	30	80	3	5:I I:I	6	437,9

Продолжение табл.9

Определяемый элемент	Содержание, %	Величина дуги, А	Ширина входной щели, мкм	Ширина выходной щели, мкм	Номер фильтра	Условия накопления и измерения	Уровень сигнала неразложенного света	Аналитические линии, нм
Марганец в нержавеющих сталях	От 5 до II	3,0	30	70	3	2:I I:I	5	482,3
	От 0,4 до 2,0	4,5	30	70	3	I0:I I:I		
Марганец в среднелегированных и конструкционных сталях	От 0,2 до 2,0	8,0	30	70	3	20:I I:I	5	482,3
Хром в нержавеющих сталях	От I5 до 25	2,0	50	80	без фильтра	20:I 2:I	6	534,5 534,8
Хром в среднелегированных конструкционных сталях	От 0,3 до I5	3,0	30	80	без фильтра	20:I I:I	6	520,8

Квадратичная ошибка воспроизводимости в зависимости от определяемой концентрации и элемента составляет от I,5 до 2,5%.

4. ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В СПЕКТРАЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ

4.I. Общие положения:

впервые приступивший к работе лаборант-спектроскопист может начать работу лишь после получения инструктажа по технике безопасности у заведующего спектральной лабораторией, непосредственно на рабочем месте;

после десятидневного дублирования работы (с опытным спектроскопистом) проводят повторный инструктаж;

к самостоятельной работе допускается квалификационный комиссией после проверки знаний;

повторный инструктаж проводят не реже двух раз в год;

проведение инструктажа и разрешение на самостоятельную работу каждый раз заносят в контрольный журнал с оформлением подписями зав.лабораторией и получившего инструктаж;

лаборант-спектроскопист должен знать как общие, так и предусматриваемые инструкцией, правила по ТБ. Несоблюдение правил влечет за собой меры административного взыскания, а в более тяжелых случаях - привлечение к судебной ответственности.

4.2. Правила безопасности при подготовке источников возбуждения к работе:

напряжение генератора (искрового) порядка I5000в является опасным для жизни человека, категорически запрещается включать генератор не опробованный и не проверенный старшим по смене;

перед включением генератора необходимо проверить правильность схемы включения, что следует делать только при отключении его от сети. Осмотр приборов следует производить только при отключенной сети генератора;

генератор считают подготовленным к работе тогда, когда проверены:

исправность проводов первичной и вторичной цепи,

наличие заземления его корпуса,

исправность выключателя, помещенного на пульте управления генератора,

правильность подключения электрода,

заземление рельса оптического прибора, при невыполнении хотя бы одного из этих пунктов, включать генератор запрещается;

повреждения первичной или вторичной цепи генератора устраняет дежурный электрик;

заземляющие провода следует подключать только к капитальным шинам заземления.

4.3. Правила безопасных приемов работы:

при управлении работой генератора следует стоять на резиновом диэлектрическом коврике;

нельзя касаться электродов при включении генератора;

горячие электроды брать только пинцетом;

при использовании штативов открытого типа, фотографирование спектра производить только в защитных очках;

при отсутствии вытяжной вентиляции в помещении, работать с источником возбуждения запрещается;

исправлять генератор можно только отключив его от сети;

при работе на генераторе с конденсированной искрой в помещении должно быть не менее двух человек, включая работающего;

фотометрирование проводить в затемненной комнате, чередуя с фотографированием;

все операции по подготовке пробы, связанные с выделением газов, производить под вытяжкой;

оставляя помещение, необходимо выключить общий рубильник, дверь помещения закрыть на ключ.

4.4. Правила безопасности при заточке электродов и проб:

к заточке электродов можно приступить только после получения инструктажа;

наждачный камень должен находиться только в защитном кожухе;

наждачный станок должен быть заземлен;

работать на вибрирующем наждачном круге запрещается;

зазор между подручником и кругом не должен превышать 2-3 мм;

при работе нужно стоять сбоку, а не против наждачного круга;

работать на наждачном круге следует в защитных очках;

мелкие затачиваемые пробы необходимо удерживать ручными тис-

ками или специальными зажимами;
наждачный станок должен быть хорошо освещен.

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.Оконенко
Заведующая лабораторией В.В.Раевская
Старший научный сотрудник Ю.К.Максимец

СОГЛАСОВАНО:
Всесоюзный научно-исследовательский и проектно-конструкторский институт нефтяного машиностроения (ВНИИнефтемаш)

Директор Н.П.Уманчик
11.06.80

Министерство химического и нефтяного машиностроения
Техническое управление
Главный технолог Е.А.Афанасенко
11.07.80
Начальник отдела стандартизации Ю.О.Мухин
8.09.80

Специальное проектно-конструкторское и технологическое бюро химического и нефтяного машиностроения (СКТБХиммаш)

Заместитель начальника по научной работе В.А. Цепков
Заведующий отделом 20 А.С.Сибиряков

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	

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

I	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	

РД РТМ 26-362-80 Стр. 1961
-26-366-80

Продолжение приложения

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