

УТВЕРЖДАЮ

Член коллегии  
Минхиммаша

*Басильев* А.М. Васильев  
"8" сентябрь 1980.

УДК

Группа В09

## РУКОВОДЯЩИЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ

УСКОРЕННЫЕ И МАРКИРОВОЧНЫЕ МЕТОДЫ  
ХИМИЧЕСКОГО И СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА  
ОСНОВНЫХ И СВАРОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ В - РД РТМ 26-362-80-  
ХИМИЧЕСКОМ ПАРАГАНОМ  
ХИМНЕФТЕАПАРАТОСТРОЕНИИ - РД РТМ 26-366-80  
Взамен РТМ 2631-70-  
-РТМ 2635-70

Письмом Министерства химического и нефтяного машиностроения  
от 08.09.1980 г. №11-10-4/1601

от 08.09.1980 г. №11-10-4/1601 срок введения установлен

с 21. 10. 1980 г.

Настоящие руководящие технические материалы распространяются на химические и физические методы исследования хим-состава 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.

## РУКОВОДЯЩИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ

### УСКОРЕННЫЕ И МАРКИРОВОЧНЫЕ МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ОСНОВНЫХ И СВАРОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ В ХИМИЧЕСКОМ ПАРАГАНОМ

#### 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.1. 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<sub>z</sub> 20

#### 2. ФОТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

2.1. Определение хрома, никеля, марганца, кремния в углеродистых стальах

2.1.1. 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 НС-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  $\phi$  от 6 до 8 мм из электролитической меди марки М-1 по ГОСТ 859-78 и прутки  $\phi$  6 мм из спектрально чистых углей марки С<sub>1</sub>, С<sub>2</sub>, С<sub>3</sub>.

Фотопластиинки "спектральные", тип I, II.

Калий бромистый по ГОСТ 4160-74.

Гидрохинон (параэтилбензол) 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 пробы затачиваются напильником, качество поверхности должно быть не менее, чем  $R_a \geq 20$ . 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.

#### 2.1.4. 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 1,5 до 2,0

Таблица 2  
Высоковольтная искра

Основные параметры разрядного контура	!	Величина параметров
Емкость, мкФ		0,01
Индуктивность, мкГ		От 10 до 50
Количество цугов за полупериод питающего тока		От 1 до 2
Задающий искровой промежуток, мм		3
Аналитический промежуток, мм		От 1,5 до 2,0
Схема "сложная"		-

#### 2.1.5. 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 ИО 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 сливаются в равных пропорциях).

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 20г натрия углекислого растворяют в 500см<sup>3</sup> воды.

Время проявления указывается на пачках фотопластиноок, температура раствора должна быть от 18 до 20<sup>0</sup>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<sup>3</sup> 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:

$\text{Cr}$  267,7 -  $\text{Fe}$  268,3

$\text{Ni}$  305,0 -  $\text{Fe}$  305,5

$\text{Mn}$  293,3 -  $\text{Fe}$  292,6

$\text{Si}$  250,6 -  $\text{Fe}$  250,7

б) искровое возбуждение:

$\text{Cr}$  267,7 -  $\text{Fe}$  268,9

$\text{Ni}$  341,4 -  $\text{Fe}$  341,3

$\text{Mn}$  293,3 -  $\text{Fe}$  293,6

### 2.1.8.. Построение градуировочного графика

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

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

где  $\Delta S$  - разность почернений определяемого элемента и линий сравнения железа;

$\lg C$  - логарифм концентрации;

$Y_{\text{эл}}$  - интенсивность линии определяемого элемента;

$Y_{\text{Fe}}$  - 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, 38ХМ0А 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 В249,6 нм и  $\text{Fe}$  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 реагенты для обработки спектрограмм те же, что и при анализе сталей углеродистых ( см.п.2.1.2).

### 2.2.3. Подготовка к анализу

Подготовку проб стали к анализу, установку пробы в штатив производят также, как описано в п.2.1.3. Система освещения З-линзовая или однолинзовая, линзы устанавливаются на расстояниях, указанных в паспорте к спектрографу. Ширина щели спектрального аппарата от 0,012 до 0,015 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.2.1.3. и используют при дуговом возбуждении. Спектрально чистые угольные электроды (см.п.2.1.3) 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.2.1.5.

Время предварительного обсыривания для дуги переменного тока 10 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.2.1.5.

Таблица 3  
Дуга переменного тока

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Ток дуги, А	От 6 до 8 от 3 до 4	Бор
Фаза поджига, град	90	Хром, марганец, 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 1,5 до 2,0	

Таблица 4  
Высоковольтная искра

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Емкость, мкФ	0,01	Хром, никель, ванадий,
Индуктивность, мкГ	От 10 до 50	молибден, медь, кремний, марганец
Количество цугов за полупериод питающего тока	1 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 0,15 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
$Cr$ 267,7- $Fe$ 268,3	$Cr$ 267,7- $Fe$ 268,9
$Ni$ 305,0- $Fe$ 305,5	$Ni$ 239,4- $Fe$ 239,1
$Mo$ 317,0- $Fe$ 320,5	$Mo$ 281,6- $Fe$ 281,8
$V$ 311,0- $Fe$ 311,6	$V$ 311,0- $Fe$ 308,3
$Si$ 250,6- $Fe$ 250,7	$Si$ 251,6- $Fe$ 251,8
$Al$ 309,2- $Fe$ 309,4	$Al$ 308,2- $Fe$ 308,3
$W$ 239,7- $Fe$ 239,8	
$B$ 249,6- $Fe$ 249,7	
	$Cu$ 327,3- $Fe$ 328,6
	от 0,100 до 2,900
	от 0,100 до 2,000
	от 0,300 до 2,000
	от 0,100 до 1,000
	от 0,100 до 0,700
	от 0,100 до 0,800
	от 0,400 до 1,500
	от 0,400 до 2,000
	от 0,003 до 0,100
	от 0,200 до 0,600

### 2.2.8. Построение градуировочного графика

Графики строят в координатах ( $\Delta S$ ,  $lg C$ ) (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 стальях

### 2.3.1. Назначение

Методика предназначена для определения хрома, никеля, марганца, кремния, молибдена, ванадия, ниобия, титана, алюминия, меди в стальях марок 12Х18Н9, 12Х18Н9Т, 12Х18Н9ЮТ, 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  $R_a \geq 20$ . Электроды медные и угольные затачивают по форме, описанной в п.2.1.3. Затем производят фокусировку источника на щель с помощью кварцевого конденсатора или 3-линзовой системы освещения; линзы устанавливают так, как указано в п.2.1.3. Ширина щели спектрографа должна составлять 0,012 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 промежуточный ток, мм	От 0,7 до 0,8	
Аналитический промежуточный ток, мм	1,5	

Таблица 7  
Высоковольтная искра

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Емкость, мкФ	0,01	Хром, никель, молибден,
Индуктивность, мкГ	От 10 до 50	марганец, ванадий,
Количество цугов за полупериод питающего тока	1 или 2	ниобий, титан, медь
Вспомогательный промежуточный ток, мм	3,0	

## Продолжение табл. 7

Основные параметры разрядного контура	Величина параметров	Определяемый элемент
Аналитический промежуток, мм	От 1,5 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.2.1.5. Аналитический промежуток устанавливают по шаблону или теневой проекции в зависимости от системы освещения. Каждую пробу и эталоны экспонируют не менее трех раз, с предварительным обсыпыванием 10 с для дуги переменного тока, для высоковольтной искры от 30 до 40 с. Экспозицию выбирают в зависимости от чувствительности фотоматериала. Обработку экспонированной пластиинки производят в стандартном проявителе и закрепителе составов, приведенных в п.2.1.5.

## 2.3.6. Аналитические пары линий

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 14,0 до 25,0
Cr 314,7 - Fe 315,4	От 6,0 до 14,0
Ni 341,4 - Fe 341,3	От 1,5 до 4,5
Ni 301,2 - Fe 300,9	От 0,5 до 2,0
Mo 281,6 - Fe 283,1	От 0,3 до 1,5
V 311,0 - Fe 308,3	От 0,1 до 1,0
Nb 319,4 - Fe 319,0	От 0,3 до 2,0
Ti 308,8 - Fe 304,7	От 0,3 до 1,2
Mn 293,3 - Fe 293,6	От 0,1 до 0,6
Si 250,6 - Fe 250,7	
Cu 327,3 - Fe 346,5	

2.3.7. Фотометрирование и построение градуировочного графика  
Фотометрирование производят на микрофотометре МФ-2, МФ-4, ши-  
рина щели указывается в п.2.1.6. График строят в координатах  
( $\Delta S$ ,  $lg C$ ) (см.п.2.1.8), концентрацию элементов в пробах  
определяют по градуировочному графику.

2.3.8. Ошибка воспроизводимости

Стандартная (квадратичная) ошибка воспроизводимости в зависи-  
мости от концентрации и определяемого элемента составляет от 1,8  
до 4,5%.

Примечания:

1. Проба, поставляемая на анализ, должна удовлетворять требо-  
ваниям, изложенным в п.2.1.9.

2. Рекомендуется применение алюминиевых электродов, которые, как показали результаты исследований, проведенных во ВНИИПТХим-  
нефтеаппаратуры, обеспечивают высокую точность и воспроизводимость  
при форме заточки, описанной в п.2.1.3.

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

### 3. ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

#### 3.1. Назначение

Методики предназначены для определения хрома, марганца, ва-  
надия, молибдена, титана в высоколегированных сталях марок X18Н9,  
X18Н10Т, X18Н11Б, X20Н10М2Т, X20Н10М3Т и др., а также для опреде-  
ления молибдена, ванадия, марганца, хрома в легированных конструк-  
ционных сталях.

#### 3.2. Аппаратура, вспомогательное оборудование, материалы

Фотоэлектрический стилометр ФЭС-І.

Штатив ШТ-І6.

Электронный генератор ГЭУ-1.

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

Комплекты ГСО ИСО ЦНИИЧМ: 9, 27, 45, 46, 94, 29, 21, 32-й и другие, их заменяющие, а также "вторичные" производственные СОП.

Постоянные электроды диаметром 8 мм из электролитической меди марки М-1 по ГОСТ 859-78.

### 3.3. Подготовка к анализу

Легированные конструкционные стали затачиваются на точильном станке, с торцевой поверхности эталона и пробы. При помощи нащадчного камня снимается слой 1 мм, затем заточка производится напильником. Высоколегированные стали затачиваются напильником. Качество обработки поверхности должно быть не менее  $R_a \geq 20$ . Медные электроды затачивают по форме, описанной в п.2.1.3. Источник света фокусируют на щель фотоэлектрического стилометра ФЭС-1 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-1) при различных токах, фаза поджига 90 град, аналитический промежуток составляет 1,5 мм.

### 3.5. Проведение анализа

Анализ проводят по методу "трех эталонов".

Заточенные эталоны, пробы, электроды помещают в штатив ШТ-16, устанавливают аналитический промежуток 1,5 мм так, как описано в руководстве по эксплуатации ФЭС-1, включают дугу и производят экспонирование с предварительным обжигом 10 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  $n$ ,  $\lg c$

где  $n$  - показание подвижной шкалы потенциометра;

$\lg c$  - логарифм концентрации.

Концентрацию элементов в пробе определяют по градуировочному графику.

### 3.7. Ошибка воспроизведимости

Таблица 9

Определяемый элемент	Содержание, %	Величина входных погрешностей, мкм	Ширина входных щели, мкм	Ширина выходных щели, мкм	Номер траектории измерения	Условия накопления и измерения	Уровень сигнала нераздраженного света	Аналитические линии, нм
Титан в нержавеющих стальах	От 0,2 до 1,0	3,5	20	70	3	<u>10:I</u> <u>I:I</u>	5	499,9
Ниобий в нержавеющих стальах	От 0,3 до 1,5	4,0	20	70	3	<u>10:I</u> <u>2:I</u>	6	405,9
Молибден в нержавеющих стальах	От 1,5 до 4,5	3,0	40	80	без фильтра	<u>20:I</u> <u>I:I</u>	8	553,3
	От 0,7 до 1,5	3,0	40	80	"	<u>50:I</u> <u>I:I</u>		
Молибден в конструкционных стальах	От 0,1 до 0,7	3,0	40	80	"	<u>100:I</u> <u>I:I</u>	8	553,3
Ванадий в нержавеющих стальах	От 0,8 до 2,5	2,0	30	80	3	<u>2:I</u> <u>2:I</u>	6	437,9
Ванадий в конструкционных стальах	От 0,1 до 0,8	2,0	30	80	3	<u>5:I</u> <u>I:I</u>	6	437,9

Продолжение табл.9

Определяемый элемент	Содержание, %	Величина	Ширина вход-	Ширина выход-	Номер филь-	Условия накопле-	Уровень сигнала	Аналитические линии, нм
		чины дуги, щели, мкм	ной щели, мкм	ной щели, мкм	тра	ния и измерения	неразложенно-	
Марганец в нержавеющих сталях	От 5 до II	3,0	30	70	3	<u>2:I</u> <u>I:I</u>	5	482,3
	От 0,4 до 2,0	4,5	30	70	3	<u>I0:I</u> <u>I:I</u>		
Марганец в среднелегированных и конструкционных сталях	От 0,2 до 2,0	8,0	30	70	3	<u>20:I</u> <u>I:I</u>	5	482,3
Хром в нержавеющих сталях	От I5 до 25	2,0	50	80	без филь-тра	<u>20:I</u> <u>2:I</u>	6	534,5 534,8
Хром в среднелегированных конструкционных сталях	От 0,3 до I5	3,0	30	80	без филь-тра	<u>20:I</u> <u>I:I</u>	6	520,8

Квадратичная ошибка воспроизведимости в зависимости от определяемой концентрации и элемента составляет от 1,5 до 2,5%.

#### 4. ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В СПЕКТРАЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ

##### 4.1. 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 административногозыскания, а в более тяжелых случаях - привлечение к судебной ответственности.

##### 4.2. Правила безопасности при подготовке источников возбуждения к работе:

напряжение генератора (искрового) порядка 1500В 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  
(ВНИИПХИМнефтехимаппаратуры)

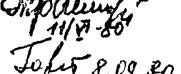
Директор  В.А. Самойлов  
Заместитель директора А.Г. Ламзин  
Заведующий отделом стандартизации Ю.А. Гук  
Заведующий отделом № 25 А.П. Оженко  
Заведующая лабораторией В.В. Раевская  
Старший научный сотрудник Ю.К. Максимец

СОГЛАСОВАНО:

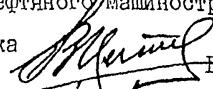
Всесоюзный научно-исследовательский и проектно-конструкторский институт нефтяного машиностроения (ВНИИнефтемаш)

Директор  Н.П. Уманчик

Министерство химического и нефтяного машиностроения  
Техническое управление

Главный технолог  Е.А. Афанасенко  
Начальник отдела стандартизации  Ю.О. Мухин

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

1. Гиллебранд В.Ф. Практическое руководство по неорганическому анализу, Госхимиздат, Москва, 1957.
2. Дымов А.М. Технический анализ. М., "Металлургия", 1964.
3. Степин В.В., Силаева Е.В. и др. Анализ черных металлов, сплавов и марганцевых руд. М., Изд-во черной и цветной металлургии, 1964.
4. Теплоухов В.И. Экспресс-анализ стали. М., Изд-во черной и цветной металлургии, 1961.
5. Пешкова В.М., Громова М.И. Практическое руководство по спектрофотометрии и колориметрии. М., Изд-во МГУ, 1965.
6. Химический и спектральный анализ в металлургии. Практическое руководство. М., "Наука", 1965.
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, 1961.
8. Бабко А.К., Марченко А.В.. Фотометрический анализ. Методы определения неметаллов, М., "Химия", 1974.
9. Шарло Г., Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений, М., "Химия", 1966.
10. Редкоземельные элементы. Изд-во Академии наук СССР, Москва, 1963.
- II. Сендел Е.. Колориметрические методы определения следов металлов, Изд-во "Мир", Москва, 1964.
12. Коростелев П.П.. Реактивы и растворы в металлургическом анализе. Москва, Изд-во "Металлургия", 1977.
13. Редкоземельные элементы. Изд-во Академии наук СССР, Москва, 1963.
14. Васильева М.Т., Малыкина В.М. и др. Анализ бора и его соединений, М., Атомиздат, 1965.
15. Конкин В.Д., Жихарева В.И. Комплексонометрический анализ, Издательство "Техника", Киев, 1964.
16. Еремин Ю.Г., Раевская В.В. и др. "Заводская лаборатория", 1964, № 12.

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 I2344-66 - ГОСТ I2365-66, ГОСТ I7051-71. Стали (легированные и высоколегированные). Методы химического анализа.
21. ГОСТ I2347-77. Стали легированные и высоколегированные. Методы определения фосфора.
22. ГОСТ I2344-78, ГОСТ I2346-78, ГОСТ I2348-78, ГОСТ I2350-78, ГОСТ I2353-78, ГОСТ I2355-78. 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. Госторгиздат, 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.

РД РТМ 26-362-80 Стр. 157

-26-366-80

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		PTM	ГОСТ		PTM	ГОСТ		PTM	ГОСТ	
	I	2	3	4	5	6	7	8	9		
Углерод	Кулонометрический	Кулонометрический		0,54	0,20	0,32	0,11	0,59	0,22		
	Газообъемный			0,75		0,18		0,78			
Фосфор в углеродистых сталях	Фотоколориметрический	Фотоколориметрический		1,88	0,86	0,17	0,08	1,91	0,87		
	Объемный			2,52		0,17		2,55			
Фосфор в легированных сталях	Титриметрический	Экстракционно-фотометрический		1,89	1,20	0,04	0,07	1,90	1,21		
	Фотометрический			1,57		0,105		1,59			
	Метод с мас-совой долей вольфрама			2,84		0,04		2,85			
	Экстракционно-фотометрический			1,65		0,145		1,67			

РД РТМ 26-362-80Стр.158  
- 26-366-80

## Продолжение приложения

I	2	3	4	5	6	7	8	9
Кремний в легированных сталях	Фотометрический Гравиметрический	Фотоколориметрический	2,85 1,73	0,65	1,96 0,13	0,02	3,14 1,75	0,65
Кремний в углеродистых сталях	Весовой серно-азотно-кислотный Весовой солянокислотный Весовой хлорнокислотный Фотоколориметрический	Фотоколориметрический	0,88 0,94 0,92 1,82	0,65	0,04 0,04 0,04 0,09	0,01	0,89 0,95 0,93 1,83	0,65
Никель в легированных сталях	Весовой метод	Дифференциальный спектрофотометрический	21,82	8,68	9,74	1,40	23,28	8,89
Медь в легированных сталях	Экстракционно-фотометрический Фотометрический Полярографический	Фотоколориметрический	4,88 3,85 3,60	1,58	3,50 3,53 0,18	0,07	5,41 4,38 3,63	1,59

РД РТМ 26-362-82-Стр.159  
-26-366-80

Продолжение приложения

I	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		1,50		3,13	
Цирконий в легированных сталях	Весовой купфернофосфатный	Фотоколориметрический	II,08	2,02	0,18	0,25	II,II	2,06
Молибден в легированных сталях	Весовой пломбатный Фотоколориметрический	Фотоколориметрический	3,94 4,II	1,86 0,44	0,22 0,44	0,26	3,97 4,I8	I,90
Ванадий в легированных сталях	Объемный метод Потенциометрический	Фотоколориметрический	2,65 2,90	0,87 1,15	0,04 0,08	0,08	2,66 3,97	0,88
Алюминий в легированных сталях	Весовой с электролизом Весовой фотридный	Фотоколориметрический	5,67 5,78	1,57 0,20	0,52 0,17	0,17	5,75 5,8I	I,60

Продолжение приложения

I	2	3	4	5	6	7	8	9
Кобальт в легированных сталях	Фотометрический (0,1-0,5%)	Фотоколориметрический	1,28	0,78	0,71	0,06	1,39	0,79
	Фотометрический (0,5-3,0%)		1,37		0,71		1,48	
Мышьяк в углеродистых сталях	Объемный Фотоколориметрический	Фотоколориметрический	2,37	1,69	0,03	0,17	2,37	1,72
			4,60		0,16		4,62	
Бор в легированных сталях	Колориметрический с хинализарином	Экстракционно-фотометрический	4,77	1,26	1,15	0,17	4,94	1,29
	Колориметрический с кармином		4,75		1,08		4,91	
	Потенциометрический		5,07		1,98		5,37	
Ниобий в легированных сталях	Весовой гидролитический	Фотоколориметрический	16,14	3,21	1,06	0,33	16,30	3,26
	Весовой с танином		7,44		0,39		7,50	
	Фотоколориметрический		7,23		0,74		7,34	

## Продолжение приложения

1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Фотоколориметрический роданидный		7,32		0,74		7,43	
Церий в легированных сталях	Фотоколориметрический		17,15	14,54	1,73	2,32	17,41	14,87

Примечания к приложению:

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

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

приведенные затраты включают в себя текущие затраты <sup>капвложения</sup>, умноженные на нормативный коэффициент, равный 0.15.

РД РТМ 26-362-80 Стр. 162  
-26-366-80

СОДЕРЖАНИЕ

РД РТМ 26-362-80	Методы химического анализа чугунов и стаей . . . . .	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 на-вески) . . . . .	20
8.	Фотоколориметрический метод определения кремния в сталях . . . . .	23
9.	Фотоколориметрический метод определения кремния в чугунах . . . . .	27
10.	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 высоко-легированных сталях . . . . .	31
I2.	Фотоколориметрический метод определения марганца в высоколегированных сталях . . . . .	33
I3.	Фотоколориметрический метод определения хрома (0,01-0,05%) . . . . .	35

РД РТМ 26-362-80

14. Объемный персульфатно-серебряный метод определения хрома (0,60-35%) . . . . .	37
15. Объемный персульфатно-серебряный метод определения хрома (0,6-35%) с фенилантраниловой кислотой в стальах, не содержащих ванадий . . . . .	41
16. Фотоколориметрический метод определения никеля (0,025-0,5%) в углеродистых и низколегированных стальях с диметилглиоксимом . . . . .	43
17. Фотоколориметрический метод определения никеля (0,5-10%) в легированных стальях . . . . .	45
18. Дифференциальный спектрофотометрический метод определения никеля в легированных стальях . . . . .	46
19. Фотоколориметрический метод определения титана (0,005-3,5%) с диантонипирilmетаном . . . . .	48
20. Фотоколориметрический метод определения титана (0,1-3,0%) в стальах, не содержащих ванадий . . . . .	50
21. Фотоколориметрический метод определения меди в углеродистых и низколегированных стальях . . . . .	52
22. Фотоколориметрический метод определения меди в легированных стальях . . . . .	54
23. Фотоколориметрический метод определения циркония . . . . .	56
24. Фотоколориметрический метод определения молибдена (0,05-1,0%) в слаболегированных стальях . . . . .	58
25. Фотоколориметрический метод определения молибдена (0,5-3,0%) в высоколегированных стальях . . . . .	61
26. Фотоколориметрический метод определения ванадия с фенилантраниловой кислотой . . . . .	62

- 26-366-80

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 tantalа . . . . .	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
	I. 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
	I. 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 26-362-80-Стр. 167

- 26-366-80

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