

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 ПАРУСОПРОСТРОЕНИИ - 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
ХИМНЕФТЕАПАРАТОСТРОЕНИИ

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 ПЕРМАНГАНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА В ФЕРРОМАРГАНЦЕ

2.1. Сущность метода

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

2.2. Реактивы и растворы

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

Кислота соляная по ГОСТ ЗП18-77.

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

РД РТМ 26-364-80 Стр. 1/6

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 А - 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 500 см³ 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°C и, придав жидкости вращательное движение, титруют раствором марганцовокислого калия, прибавляя его небольшими порциями. После каждой порции взвешивают 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°C 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 см³ до появления устойчивой в течение 1 мин розовой окраски.

2.4. Обработка результатов

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

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

где V - объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

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

m - масса навески ферромарганца, г.

3. КОМПЛЕКСНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА В ФЕРРОМОЛИБДЕНЕ

3.1. Сущность метода

Метод основан на косвенном комплекснометрическом 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 ЗП18-77, разбавленная 1:1.

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

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ ЗП17-78, 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 см³ азотной кислоты плотностью 1,4 г/см³, 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 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

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

Соотношение (C) объемов растворов азотнокислого свинца и трилона Б устанавливают следующим образом: 10 см³ 0,1 н раствора азотнокислого свинца помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ 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 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1 и растворяют при нагревании. По окончании растворения приливают от 150 до 200 см³ горячей воды и осаждают железо и медь раствором едкого натра, приливая последний до полного выделения гидроокиси железа и еще 20 см³ избыток. Раствор с выпавшим осадком кипятят в течение 5 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³, отбрасывая первые порции фильтрата. 250 см³ отфильтрованного раствора помещают в стакан вместимостью 500 см³, 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 см³. К подготовленному горячему раствору, при постоянном помешивании, прибавляют 20 см³ раствора азотнокислого свинца. Содержимое стакана с вышавшим осадком молибдата свинца кипятят в течение 5 мин, охлаждают и переводят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 500 см³, перемешивают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³ через плотный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. 250 см³ отфильтрованного раствора переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³, 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 (Х) в процентах вычисляют по формуле

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

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

\bar{V} - объем раствора азотнокислого свинца, взятый с некоторым избытком для осаждения молибдена, см³;

C - соотношение между титрованными растворами азотнокислого свинца и трилона Б, см³;

V_r - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование избытка азотнокислого свинца, см³;

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 II293-78, 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 (C) 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 см³ азотной и фтористоводородной кислот, нагревают до полного растворения навески и выпаривают досуха, приливают 10 см³ азотной кислоты, снова выпаривают досуха, затем прокаливают до полного удаления окислов азота. К остатку приливают 10 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³, 25 см³ горячей воды и переносят содержимое чашки в стакан вместимостью 400 см³. Платиновую чашку тщательно обмывают небольшими порциями соляной кислоты, горячей водой, а затем несколькими каплями аммиачного раствора. В стакан приливают 10 см³ азотной кислоты плотностью 1,4 г/см³, 5 см³ 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 см³ раствора аммиака, стараясь приливать его непосредственно на осадок, 50 см³ горячей воды и кипятят в течение 5 мин. Выделившийся при кипячении небольшой осадок гидроксида 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 см³ раствора аммиака, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 см³. 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 см³ раствора уксуснокислого аммония и 15 см³ раствора азотнокислого свинца. Раствор с выделившимся осадком вольфрамата свинца кипятят в течение 2 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

вают. Отфильтровывают аликвотную часть в мерную колбу вместимостью 100 см³ и переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 10 см³ 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 (χ) в процентах вычисляют по формуле

$$\chi = \frac{T \cdot (V - CV) \cdot 100}{m} ,$$

где T — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах вольфрама;
 V — объем раствора азотнокислого свинца, взятый с некоторым избытком для осаждения вольфрама, см³;
 C — соотношение между титрованными растворами азотнокислого свинца и трилона Б;
 v — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование избытка азотнокислого свинца, см³;
 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 канализатора-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 И277-75, 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 4248-72, титрованный раствор; готовят следующим образом: 70 г реактива растворяют в 300 см³ воды, содержащей 40 см³ серной кислоты плотностью 1,82 г/см³, 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 см³, приливают 30 см³ 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 см³ азотной кислоты и снова дважды упаривают до паров серной кислоты. К раствору добавляют 300 см³ воды, 10 см³ ортофосфорной кислоты и 10 см³ раствора азотнокислого серебра, нагревают до кипения, приливают 30 см³ раствора надсернокислого аммония и кипятят несколько минут до появления фиолетово-красной окраски марганцевой кислоты. Если феррохром не содержит марганца, то к раствору добавляют от 3 до 4 капель раствора сернокислого марганца. К полученному раствору приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и кипятят от 8 до 10 мин для разрушения окраски марганцевой 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 100 см³ приливают из бюретки 20 см³ раствора соли Мора, 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают и титруют раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю хрома (χ) в процентах вычисляют по формуле

$$\chi = \frac{T \cdot (C v' - v_i) \cdot 100}{m} ,$$

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_i — 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

6.1. 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 4168-79, 5%-ный раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691-77.

Кислота фенилантраниловая, 0,2%-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, 0,1%-ный раствор.

Двойная сернокислая соль зажигания и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208-72, 0,1н титрованный раствор; готовят следующим образом: 39,2 г реактива растворяют в 500 см^3 воды, прибавляют осторожно 80 см^3 серной кислоты плотностью 1,82 $\text{г}/\text{см}^3$ и разбавляют водой до объема 1 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 см³, приливают 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4 и растворяют при нагревании. По окончании растворения прибавляют от 2 до 3 см³ азотной кислоты и нагревают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в объеме от 100 до 150 см³ горячей воды, охлаждают, приливают 10 см³ 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 1 мин, прибавляют 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, от 6 до 8 капель фенилантралиновой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода фиолетово-розовой окраски в зеленую.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю ванадия (x) 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, см³;
 m — масса навески образца, г.

7. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА В ФЕРРОТИТАНЕ

7.1. 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 1:3..

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

Пергидроль по ГОСТ 10929-76.

7.3. Проведение анализа

Навеску ферротитана массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 25 см³ 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 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Аликовтную часть 10 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 0,5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ 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 410 нм, в кювете с толщиной слоя от 10 до 30 мм.

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

7.4. Обработка результатов

7.4.1. Массовую долю титана (Х) в процентах по методу сравнения вычисляют по формуле

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

где С - 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

8.1. Требования безопасности указаны в РД РТМ 26-362-80

ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНОЛОГИИ ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТЕГАЗОВОГО АППАРАТОСТРОЕНИЯ
(ВНИИПТХимнефтеаппаратуры)

Директор В.А.Самойлов

Заместитель директора А.Г.Ламзин

Заведующий отделом стандартизации Ю.А.Гук

Заведующий отделом № 29 А.П.Ожеко

Заведующая лабораторией В.В.Раевская

Старший научный сотрудник Ю.К.Максимец

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	PTM
	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	I,88	0,86	0,17	0,08	I,91	0,87		
	Объемный		2,52		0,17		2,55			
Фосфор в легированных сталях	Титриметрический	Экстракционно-фотометрический	I,89	I,20	0,04	0,07	I,90	I,21		
	Фотометрический		I,57		0,105		I,59			
	Метод с мас-совой долей вольфрама		2,84		0,04		2,85			
	Экстракционно-фотометрический		I,65		0,145		I,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 ^{капвложения}, 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