Л. П. Герасимова
Д. Е. Голубков
Ю. П. Гук

Стандартные методы контроля качества металлических материалов, сварных и паяных соединений

Справочник

Москва
«Экомет»
2007

Систематизированы и подробно описаны стандартные методы контроля качества конструкционных металлических материалов (стали, чугуны, алюминиевые, медные, никелевые, магниевые сплавы, порошковые материалы, покрытия), их сварных и паяных соединений, а также изделий из них. Приведены сведения о методах контроля механических, технологических, коррозионных свойств, химического состава, качества покрытий, износостойкости металлических материалов, в том числе порошковых, а также о методах контроля дефектов в металлах и их соединениях.

Для каждого метода указаны его суть, область применения, чувствительность и погрешность, трудоемкость, оборудование, аппаратура, реактивы. Это позволит ускорить поиск и выбор необходимых и достаточных методов контроля, оценить их целесообразность и эффективность для решения конкретных задач повышения качества продукции.

Для инженерно-технических и научных работников металлургической и машиностроительной отраслей промышленности, а также для специалистов, занимающихся контролем качества продукции.

Оглавление

Предисловие	
Глава 1. Методы контроля механических свойств металлов	
1.1. Общие положения	
1.2. Правила отбора проб, заготовок и образцов для механических и технологических испытаний металлов	
1.2.1. Отбор проб, заготовок и образцов из проката	
1.2.2. Отбора проб, заготовок и образцов из труб	
1.2.3. Отливка проб и изготовление образцов из чугуна	
1.3. Методы испытаний на статическое растяжение	
1.3.1. Испытания на растяжение при комнатной температуре	
1.3.2. Испытания на растяжение при повышенных температурах	
1.3.3. Испытания на растяжение при пониженных температурах	
1.3.4. Испытание на длительную прочность при растяжении	
1.3.5. Испытание на ползучесть при температуре до 1200 °С	
1.3.6. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении	
1.3.7. Испытания на растяжение труб	
1.3.8. Испытания на растяжение тонких листов и лент	
1.3.9. Испытание на растяжение проволоки	
1.4. Метод испытания на сжатие	
1.5. Методы испытаний на изгиб	
1.5.1. Испытания на статический изгиб	
1.5.2. Испытание на перегиб проволоки	
1.5.3. Испытание на перегиб листов и ленты	
1.5.4. Испытание на изгиб навивкой листов и лент толщиной менее 2,5 мм	
1.6. Методы измерения твердости	
1.6.1. Измерение твердости при статическом нагружении	
1.6.2. Измерение твердости при динамическом нагружении	
1.7. Методы испытаний при ударных нагрузках	
1.7.1. Испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах	
1.7.2. Испытания на ударный изгиб при температурах от –100 до –269 °С	
1.7.3. Испытания на ударный изгиб стальных труб и листового проката	
1.7.4. Определение склонности металлов к механическому старению по испытанию на ударный изгиб	
1.8. Методы испытаний при циклических нагрузках	
1.8.1. Испытания на усталость	
1.8.2. Испытания на малоцикловую усталость	

1.8.3. Испытание проволоки на знакопеременное скручивание	
1.9. Метод испытания на кручение	
Глава 2. Методы контроля свойств сварных и паяных металлических соединений	
2.1. Методы контроля механических свойств сварных соединений	
2.1.1. Общие положения	
2.1.2. Правила отбора проб, заготовок и образцов для механических и технологических испытаний сварных соединений	
2.1.3. Испытания сварных соединений при статических нагрузках	
2.1.4. Испытания сварных соединений при ударных нагрузках	
2.1.5. Измерения твердости металла различных участков сварного соединения и наплавленного металла	
2.2. Методы механических испытаний паяных соединений	
2.2.1. Испытания на растяжение и длительную прочность паяных соединений	
2.2.2. Испытания на статический изгиб паяных соединений	
2.2.3. Испытания на ударный изгиб паяных соединений	
2.2.4. Испытания на усталость паяных соединений	
Глава 3. Методы контроля технологических свойств металлических материалов, их сварных и паяных соединений	
3.1. Метод испытания на бортование металлических труб	
3.2. Метод испытания на раздачу металлических труб	
3.3. Метод испытания на сплющивание металлических труб	
3.4. Метод испытания на осадку сортового проката и проволоки	
3.5. Метод испытания на расплющивание металлических прутков или готовых заклепок	
3.6. Метод испытания на вдавливание металлических листов и лент по Эриксену	
3.7. Метод испытания сталей на прокаливаемость	
3.8. Метод оценки влияния сварки плавлением на основной металл	
3.9. Методы испытаний на сопротивляемость образованию холодных трещин при сварке плавлением	
3.10. Методы испытаний на сопротивляемость образованию горячих трещин при сварке плавлением	
3.11. Метод оценки хладостойкости сварных конструкций по реакции на ожог сварочной дугой	
3.12. Метод оценки влияния жидкого припоя на механические свойства паяемого материала	
3.13. Методы определения заполнения зазора припоем	
3.14. Метод определения растекания припоя	
3.15. Метод определения температуры распайки	
3.16. Методика определения совместимости металлических материалов с припоями	
3.17. Методика определения снижения прочности металлических	

материалов с трещинами под действием припоя	
Глава 4. Методы неразрушающего контроля	
4.1. Общие положения	
4.2. Методы оптического контроля	
4.2.1. Требования к методам оптического контроля	
4.2.2. Измерение отклонений формы металлопродукции от заданной	
4.3. Методы радиационного контроля	
4.3.1. Радиационная дефектоскопия	
4.3.2. Радиографический контроль сварных соединений	
4.3.3. Электрорадиографический контроль сварных соединений	
4.3.4. Радиационный контроль слитков черных и цветных металлов	
4.4. Методы акустического (ультразвукового) контроля	
4.4.1. Акустическая (ультразвуковая) дефектоскопия для контроля металлических труб	
4.4.2. Акустический (ультразвуковой) контроль листового проката	
4.4.3. Акустический (ультразвуковой) контроль поковок из черных и цветных металлов	
4.4.4. Акустический (ультразвуковой) контроль железнодорожных рельсов	
4.5. Методы теплового контроля	
4.6. Методы электрического контроля	
4.7. Методы капиллярного контроля	
4.8. Методы магнитного контроля	
4.8.1. Магнитопорошковый контроль	
4.8.2. Магнитографический контроль швов сварных соединений трубопроводов	
4.8.3. Метод магнитной памяти металла	
4.9. Методы течеискания	
4.9.1. Выбор методов и средства испытаний на герметичность	
4.9.2. Испытания на герметичность	
4.9.3. Масс-спектрометрический метод течеискания	
4.10. Вихретоковый метод контроля электрической проводимости цветных металлов	
Глава 5. Методы контроля качества покрытий	
5.1. Общие положения	
5.1.1. Термины и определения, применяемые при описании покрытий	
5.1.2. Обозначения металлических и неметаллических неорганических покрытий	
5.1.3. Требования к выбору покрытий	
5.1.4. Требования к поверхности основного металла и покрытиям.	
5.2. Требования к технологическим процессам нанесения покрытий	
5.2.1. Технологические операции нанесения покрытий на металлические материалы	

5.2.2. Технологические операции нанесения покрытий на пластмассы	
5.3. Методы контроля качества покрытий	
5.3.1. Контроль качества покрытий на металлических поверхностях	
5.3.2. Контроль толщины восстановительных покрытий	
5.3.3. Контроль качества покрытий на пластмассах	
5.3.4. Контроль качества термических покрытий	
5.3.5. Контроль анодно-оксидных покрытий на полуфабрикатах из алюминия и его сплавов	
5.3.6. Контроль коррозионных поражений покрытий	
5.3.7. Контроль временной противокоррозионной защиты	
5.3.8. Ускоренные коррозионные испытания покрытий	
5.3.9. Испытания на термоусталость жаростойких покрытий в газовых потоках на клиновидных образцах	
5.3.10. Определение жаростойкости защитных покрытий	
Глава 6. Методы контроля износостойкости	
6.1. Общие положения	
6.1.1. Термины и определения, применяемые при описании износостойкости	
6.1.2. Требования к методам испытаний на износостойкость.	
6.1.3. Требования к методам установления предельного износа изделий	
6.2. Методы испытаний на абразивный износ	
6.2.1. Испытание на абразивное изнашивание при трении о закрепленные абразивные частицы	
6.2.2. Испытание материалов на износостойкость при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы	
6.2.3. Испытание на ударно-абразивное изнашивание	
6.2.4. Испытание материалов на изнашивание при ударе в условиях низких температур	
6.2.5. Испытание на износостойкость материалов и деталей при гидроэрозионном изнашивании дисперсными частицами	
6.2.6. Испытание материалов и покрытий на газоабразивное изнашивание с помощью с центробежного ускорения	
6.3. Методы испытаний на трение и истирание	
6.3.1. Измерение износа деталей трущихся сопряжений	
6.3.2. Оценка истирающей способности поверхностей при трении	
6.3.3. Испытание материалов на изнашивание при фреттинге и фреттинг-коррозии	
6.3.4. Испытание на трение и изнашивание при смазывании маслохладоновыми смесями	
6.3.5. Оценка износостойкости восстановленных деталей	
6.3.6. Оценка истирающей способности поверхностей восстановленных валов	

6.3.7. Оценка противозадирных свойств машиностроительных материалов	
6.4. Метод ускоренных ресурсных испытаний с периодическим форсированием режима	
6.5. Метод определения энергоемкости при пластической деформации металлических материалов	
Глава 7. Методы контроля качества порошковых металлических материалов	
7.1. Методы контроля металлических порошков	
7.1.1. Отбор проб порошков	
7.1.2. Определение текучести порошков	
7.1.3. Определение удельной поверхности порошков	
7.1.4. Определение формы частиц металлических порошков	
7.1.5. Определение величины частиц порошков	
7.1.6. Определение насыпной плотности порошков	
7.1.7. Определение уплотняемости порошков	
7.1.8. Определение плотности порошков после утряски	
7.1.9. Определение плотности формовок из порошков	
7.1.10. Определение прочности прессовок из порошков	
7.2. Методы контроля механических свойств спеченных материалов и твердых сплавов	
7.2.1. Отбор образцов для испытаний на растяжение спеченных материалов	
7.2.2. Определение модуля упругости (модуля Юнга) спеченных твердых сплавов	
7.2.3. Испытание на радиальное сжатие порошковых материалов	
7.2.4. Определение предела прочности и предела текучести при сжатии спеченных твердых сплавов	
7.2.5. Определение твердости по Виккерсу спеченных твердых сплавов	
7.2.6. Определение твердости по Роквеллу спеченных твердых сплавов	
7.2.7. Определение предела прочности при поперечном изгибе спеченных твердых сплавов	
7.2.8. Испытание на ударный изгиб порошковых материалов	
7.3. Методы определения физических свойств спеченных материалов и твердых сплавов	
7.3.1. Определение плотности твердых спеченных сплавов	
7.3.2. Определение проницаемости газов и жидкостей порошковых изделий	
7.3.3. Определение величины пор порошковых материалов	
7.3.4. Определение удельного электрического сопротивления спеченных твердых сплавов	
7.3.5. Определение коэрцитивной силы спеченных твердых сплавов	

Глава 8. Методы коррозионных испытаний	
8.1. Общие положения	
8.2. Методы определения показателей коррозии и коррозионной стойкости	
8.3. Методы испытаний на коррозионное растрескивание	
8.3.1. Общие требования	
8.3.2. Испытание образцов на коррозионное растрескивание	
при одноосном растяжении	
8.3.3. Испытание на коррозионное растрескивание образцов в виде изогнутого бруса.	
8.3.4. Ускоренные испытания на коррозионное растрескивание высокопрочных сталей и титановых сплавов	
8.3.5. Ускоренные испытания на коррозионное растрескивание алюминиевых и магниевых сплавов без защитных покрытий	
8.4. Методы испытаний на стойкость против межкристаллитной коррозии	
8.4.1. Испытания на стойкость против межкристаллитной коррозии коррозионностойких сталей и сплавов	
8.4.2. Испытания на стойкость против межкристаллитной коррозии металлопродукции из корозионностойких сталей и сплавов	
8.4.3. Ускоренные испытания на межкристаллитную коррозию	
8.5. Метод ускоренных испытаний на расслаивающую коррозию	
8.6. Методы ускоренных испытаний на стойкость к питтинговой коррозии коррозионностойких сталей и сплавов	
8.7. Методы испытаний на коррозионные потери в атмосферных условиях	
8.7.1. Определение коррозионной агрессивности атмосферы	
8.7.2. Определение параметров коррозионной агрессивности атмосферы	
8.7.3. Испытания на климатических испытательных станциях.	
8.7.4. Оценка коррозионных поражений покрытий при эксплуатации и хранении	
8.7.5. Ускоренные коррозионные испытания атмосферостойкой стали	
8.7.6. Ускоренные коррозионные испытания алюминия, магния и их сплавов	
8.7.7. Расчетно-экспериментальный метод ускоренного определения коррозионных потерь в атмосферных условиях	
8.8. Методы коррозионных электрохимических испытаний.	
8.9. Методы определения жаростойкости стали и сплавов	
8.10. Методы испытаний временной противокоррозионной защиты изделий	
Глава 9. Металлографические методы контроля	
9.1. Методы определения микроструктуры стали	

9.2. Методы определения неметаллических включений в стали	
9.3. Методы определения величины зерна в сталях и сплавах	
9.4. Метод оценки микроструктуры листов и лент из сталей	
9.5. Методы определения структуры отливок из чугуна	
9.6. Методы определения ферритной фазы в прутках из аустенитной стали	
9.7. Методы оценки макроструктуры проката из сталей	
9.8. Методы оценки макроструктуры жаропрочных сплавов	
9.9. Методы определения глубины обезуглероженого слоя в сталях	
9.10. Метод определения коррозионных поражений металлических материалов	
9.11. Метод определения газовой пористости в литейных алюминиевых сплавах	
9.12. Метод определения эрозии паяемого материала	
9.13. Метод выявления и определения толщины прослойки химических соединений в паяных соединениях	
9.14. Фрактографические методы определения критической температуры хрупкости (КТХ) стали	
Глава 10. Методы контроля химического состава конструкционных материалов	
10.1. Общие положения и методы отбора проб для определения химического состава	
10.2. Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Определяют углерод и графит, серу, фосфор, кремний, марганец, мышьяк, хром, медь, никель, алюминий, титан, ванадий, цирконий, кальций	
10.3. Чугун легированный. Определяют углерод, серу, кремний, фосфор, марганец, хром, ванадий, никель, медь, титан, мышьяк, магний, кобальт	
10.4. Стали легированные и высоколегированные. Определяют углерод, серу, кремний, фосфор, марганец, вольфрам, хром, ванадий, никель, молибден, медь, титан, алюминий, мышьяк, азот, бор, ниобий, микропримеси (сурьма, свинец, олово, цинк, кадмий), селен, церий, цирконий, тантал, висмут, вольфрам, молибден	
10.5. Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Определяют оксид алюминия, бор, бериллий, висмут, ванадий, железо, кремний, калий, кадмий, литий, магний, марганец, медь, мышьяк, натрий, никель, олово, свинец, сурьму, титан, хром, редкоземельные элементы и иттрий, цирконий, цинк, скандий, галлий	
10.6. Сплавы магниевые. Определяют алюминий, марганец, цинк, индий, цирконий, кадмий, кальций, кремний, лантан, литий, калий, медь, натрий, неодим, никель, редкоземельные элементы + церий, серебро, титан, хлор, железо, бериллий	
10.7. Сплавы медно-цинковые. Определяют медь, свинец, железо,	

марганец, олово, сурьму, висмут, мышьяк, серу, алюминий, никель, кремний, фосфор, цинк	
10.8. Бронзы оловянные. Определяют медь, свинец, олово, фосфор, никель, цинк, железо, алюминий, кремний, сурьму, висмут, серу, марганец, магний, мышьяк, титан	
10.9. Бронзы безоловянные. Определяют алюминий, железо, марганец, никель, кремний, свинец, мышьяк, сурьму, олово, фосфор, цинк, бериллий, титан, кобальт, кадмий, серебро, хром, теллур, магний	
10.10. Бронзы жаропрочные. Определяют медь, кремний, хром, фосфор, железо, никель, свинец, цирконий, кобальт, титан	
10.11. Никель, никелевые и медноникелевые сплавы. Определяют медь, никель, никель + кобальт, цинк, железо, марганец, кремний, алюминий, кобальт, углерод, вольфрам, магний, мышьяк, хром, сурьму, цинк + кадмий + свинец + висмут + олово, висмут, серу, фосфор, свинец, титан, олово, кальций	
10.12. Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Определяют олово, сурьму, свинец, висмут, свинец + висмут, мышьяк	
10.13. Методы определения содержания газов в металлах	
Термины и определения	
Приложения	
1. ГОСТы, использованные в главах 1–9	
2. ГОСТы, использованные в главе 10	
3. Основные международные стандарты или рекомендуемые для использования при контроле качества металлов, их сварных и паяных соединений	

Введение

Обеспечение высокого качества продукции приобретает все большее значение в мировых торговых отношениях, особенно в условиях дальнейшей интеграции России в единое мировое экономическое пространство.

Сегодня для многих российских экспортно-ориентированных предприятий соответствие их продукции требованиям стандартов становится средством конкурентной борьбы. Это вынуждает предприятия совершенствовать свои производственные технологии, повышать качество продукции, снижать затраты, в том числе путем своевременного предупреждения и устранения брака, и тем самым повышать эффективность производства, что позволит им конкурировать с иностранными компаниями на внутреннем и международных рынках.

Для специалистов главная задача контроля – совершенствовать технологию производства, обеспечивая за счет обратной оперативной связи недопустимость появления бракованной продукции (низкие или неоднородные свойства, дефекты), способной вызвать снижение свойств или преждевременное разрушение изделий при эксплуатации.

Для гарантии стабильного качества продукции в процессе производства металлических изделий проводят следующие три основных вида контроля:

предварительный контроль, заключающийся в проверке качества исходных материалов, соответствия ГОСТам оборудования, аппаратуры, приспособлений, используемых материалов и реактивов, необходимых для проведения контроля качества анализируемых образцов, проверке сборки деталей под сварку и пайку;

контроль в процессе изготовления металлических полуфабрикатов, сварных и паяных изделий, заключающийся в проверке исправности используемых оборудования, контрольной аппаратуры и приспособлений, в проверке правильности технологических режимов литья, прокатки, сварки, пайки и т.д.;

контроль готовой продукции, заключающийся в оценке качества металлических полуфабрикатов, сварных и паяных соединений изделий и включающий в себя наружный осмотр, испытания неразрушающими методами контроля на наличие дефектов, испытания механических свойств, коррозионной стойкости, других заданных свойств, проведение металлографических исследований.

Второй вид контроля широко освещен в специальной литературе и в данном справочнике практически не рассматривается.

Первый и третий виды контроля рассматриваются подробно. В существующих систематических каталогах ГОСТов приведены только их названия, но отсутствуют сведения о сути методов, их особенностях и трудоемкости, областях их применения, образцах, оборудовании и аппаратуре, сопутствующих ГОСТах и других характеристиках.

Настоящий справочник выгодно отличается от других тем, что в нем для каждого стандартизованного метода контроля качества металлических, в том числе порошковых, материалов, полуфабрикатов, сварных и паяных соединений и готовых изделий, приведены сведения: область применения; суть метода; чувствительность и погрешность; трудоемкость; форма, размеры и качество поверхности образцов; оборудование, аппаратура, материалы и реактивы.

Приведены ссылки на соответствующие ГОСТы и, в ряде случаев, на ИСО, где подробно описаны правила и порядок проведения испытаний, обработки результатов, требования к технике безопасности.

Это позволяет ускорить поиск и выбор необходимых и достаточных методов испытаний и контроля, оценивать их целесообразность и эффективность для решения конкретных задач повышения качества продукции.

Учитывая, что основой современного машиностроения являются конструкционные металлические материалы, в справочнике большое внимание уделено методам контроля качества этих материалов.

Термины и определения основных понятий в области контроля качества металлов и их соединений приведены в соответствии с ГОСТами и ИСО в приложении 1.

Перечни используемых в справочнике ГОСТов и ИСО приведены в приложениях 2 и 3 соответственно.

ГЛАВА 1.
МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ

1.1. Общие положения

Методы определения механических свойств металлов при статических и динамических нагрузках подразделяют на следующие виды испытаний.

Испытания на растяжение – главные и наиболее распространенные методы контроля механических свойств металлов, регламентируемых ГОСТами так как служат основой для арбитражных и контрольных испытаний (проводят в соответствии с ГОСТами 1497–84, 9651–84, 11150–84, 10006–80, 11701–84, 10446–80).

Испытания на сжатие, позволяющие определять механические свойства малопластических металлов при приложении сжимающих напряжений (проводят в соответствии с ГОСТ 25.503–80).

Испытания на статический изгиб, оценивающие механические свойства сравнительно хрупких металлов при приложении нагрузки, превышающей предел текучести (проводят в соответствии с ГОСТ 14019–2003, ГОСТ 1579–93, ГОСТ 13813–68).

Испытания на длительную прочность, для определения времени до разрушения металлических материалов при заданных нагрузках и температурах (проводят в соответствии с ГОСТ 10145–81).

Испытания на твердость, позволяющие определять сопротивление поверхностных слоев металлов местной пластической деформации при внедрении твердого индентора и являющиеся простейшим и быстрейшим способом оценки работоспособности не только металлов, но и деталей без их разрушения (проводят в соответствии с ГОСТами 9012–59, 9013–59, 2999–75, 9450–76, 18835–73, 22762–77, 23273–78, 28868–90).

Испытания на ударный изгиб образцов с надрезом, широко используемые при оценке сопротивления хрупкому разрушению вязких металлических материалов и, прежде всего, при определении критической температуры хрупкости этих материалов (проводят в соответствии с ГОСТ 9454–78, ГОСТ 30456–97, ГОСТ 7268–82).

Испытания на усталость, позволяющие оценивать работоспособность металлических материалов при приложении циклических нагрузок, вызывающих разрушение при напряжениях, не превышающих предела текучести (проводят в соответствии с ГОСТами 25.502–79, 25.505–85).

Испытания на кручение, оценивающие механические свойства материалов, работающих на кручение и проявляющих хрупкость при растяжении (проводят в соответствии с ГОСТами 3565–80, Р 50708–94).

Испытания на ползучесть, используемые при оценке величины непрерывной пластической деформации металлических материалов, происходящей при постоянных температуре и напряжении в зависимости от времени (проводят в соответствии с ГОСТ 3248–81).

Испытания на вязкость разрушения, позволяющие оценивать критическое значение коэффициента интенсивности напряжений, характеризующее момент начала закритического развития трещины, когда ее длина достигает критической величины (проводят в соответствии с ГОСТ 25.506–85).

Методы контроля механических свойств металлических материалов позволяют получать всестороннюю информацию о свойствах деталей и конструкций, прогнозировать их поведение в условиях эксплуатации, обеспечивая надежность их работы при различных видах нагружения в широком интервале температур.

Для обеспечения достоверности результатов испытаний механических свойств металлических материалов необходимо соблюдать правила отбора проб, заготовок и образцов из:

проката (в соответствии с ГОСТ 7564–97);

труб (в соответствии с ГОСТ 30432–96);

отливок (в соответствии с ГОСТ 24648–90).

Правила определяют:

количество проб и образцов, отбираемых для проведения испытаний;

места отбора и размеры проб, ориентацию образцов по отношению к направлению волокна (в деформированных полуфабрикатах);

способы термической обработки проб, вырезки и механической обработки образцов.

Образцы испытывают в механически обработанном состоянии, в частично механически обработанном состоянии (тонкий прокат) и в необработанном состоянии (литые образцы). Если заготовки обладают анизотропией свойств, то следует различать в деформированных полуфабрикатах продольные (вдоль волокна), поперечные (поперек волокна) и высотные (по толщине заготовки) образцы.

Аппаратура, материалы и реактивы, используемые при испытаниях, должны соответствовать приведенным выше ГОСТам.

1.2. Правила отбора проб, заготовок и образцов для механических и технологических испытаний металлов

1.2.1. Отбор проб, заготовок и образцов из проката

Метод устанавливает общие правила отбора проб, заготовок и образцов для испытаний на растяжение, ударный изгиб, осадку, статический изгиб в холодном состоянии от сортового, фасонного, листового и широкополосного проката (в соответствии с ГОСТ 7564–97 с учетом ИСО 185–88, ИСО 1088–76, ИСО 2892–73, ИСО 5922–81).

Приведены термины и определения для описания правил отбора проб. Даются рекомендации и схемы отбора заготовок из проб для определения механических свойств в зависимости от формы проката:

круглого и многоугольного сечений (рис. 1);

квадратного и прямоугольного сечений (рис. 2);

от полосы со скошенными кромками (рис. 3);

от листового и широкополосного проката (рис. 4, *а*);

от фасонного проката (рис. 4, *б*).

Приведена таблица «Положение образца относительно поверхности проката».

Даны рекомендуемые схемы отбора заготовок из проб для определения механических свойств:

проката из улучшаемой стали в состоянии поставки (нормализованном или улучшенном) и в контрольном состоянии;

стали для испытаний на изгиб в холодном состоянии.

1.2.2. Отбор проб, заготовок и образцов из труб

Методы устанавливают общие правила отбора проб, заготовок и образцов из металлических труб для механических и технологических испытаний (в соответствии с ГОСТ 30432–96).

Распространяются на бесшовные, сварные и паяные трубы из черных и цветных металлов.

Приведены термины и описания по отбору проб, заготовок и образцов (в соответствии с ГОСТ 7564–97). Даны обозначения вида образцов, указаны места отбора проб и необходимая ориентация вырезанных из трубы заготовок по отношению к ее продольной оси, условия вырезки образцов и их количество для проведения механических испытаний.

Подробно описаны схемы (рис. 5):

отбора проб, заготовок и образцов для испытаний на растяжение;

отбора проб, заготовок и образцов для испытаний на ударный изгиб;

отбора кольцевых проб от чугунных раструбных труб для испытаний на разрыв или сдавливание.

Также подробно описаны схемы отбора проб для технологических испытаний труб на сплющивание, бортование и раздачу кольца конусом. Эти испытания допускается проводить в соответствии с ГОСТ 8693–80, ГОСТ 8694–75, ГОСТ 8695–76, ГОСТ 11706–78.

В ГОСТ 30432–96 приведены схемы отбора проб для механических и технологических испытаний бесшовных труб, сварных прямошовных и сварных спиральношовных труб, профильных труб, чугунных труб, нарезных труб, свертных паяных труб.

1.2.3. Отливка проб и изготовление образцов из чугуна

Метод устанавливает правила на отливку проб и образцов из чугуна для механических испытаний и устанавливает требования к литым пробам (в соответствии с ГОСТ 24648–90).

Приведены формы и размеры проб, технология их отливки, рекомендуемые формы и размеры образцов для:

чугуна с пластинчатым графитом;

чугуна с шаровидным и вермикулярным графитом;

ковкого чугуна.

Пробы отливают в вертикальном положении в формах из смесей на основе кварцевого песка.

Описана технология отливки проб. Указаны размеры проб, их качество для испытаний на изгиб по ГОСТ 2055–43, на растяжение – по ГОСТ 1497–73, на твердость по Бринеллю – по ГОСТ 9012–59, на сжатие – по ГОСТ 2055–43.

1.3. Методы испытаний на статическое растяжение

1.3.1. Испытания на растяжение при комнатной температуре

Испытания на растяжение являются основным методом исследования и контроля качества материалов. Методы устанавливают правила испытаний на статическое растяжение черных и цветных металлов и изделий из них для определения характеристик их механических свойств (в соответствии с ГОСТ 1497–84).

Распространяются на полуфабрикаты и изделия номинальным диаметром или наименьшим размером в поперечном сечении 3,0 мм и более для испытания при температуре 20 ± 15 °С следующих характеристик:

предела пропорциональности $\sigma_{пц}$, МПа (кгс/мм^2);

предела упругости $\sigma_{0,05}$, МПа (кгс/мм^2);

модуля упругости E, МПа (кгс/мм^2);

предела текучести физического $\sigma_т$, МПа кгс/мм^2);

предела текучести условного $\sigma_{0,2}$, МПа (кгс/мм^2);

временного сопротивления (предела прочности) $\sigma_в$, МПа (кгс/мм^2);

относительного удлинения после разрыва δ, %;

относительного сужения поперечного сечения после разрыва ψ, %.

Не распространяются на испытания проволоки и труб.

Предел упругости – максимальное напряжение, при котором появляется остаточная пластическая деформация, равная 0,05%. По результатам испытаний определяется нагрузка $P_{0,05}$, по которой вычисляют предел упругости $\sigma_{0,05}$ по приведенным в ГОСТ 6996–66 формулам.

Модуль упругости (Модуль Юнга) – модуль упругости для деформации растяжением-сжатием равен отношению нормального напряжения к вызванной им упругой деформации и вычисляется по приведенной в ГОСТ 6996–66 формуле.

Физический предел текучести (нижний предел текучести) – наименьшее условное (расчетное) напряжение, при котором образец деформируется без заметного увеличения нагрузки. Определяется по приведенной в ГОСТ 6996–66 формуле.

Условный предел текучести – наименьшее условное (расчетное) напряжение, при котором остаточное удлинение равно 0,02% от начальной

расчетной длины образца. Определяется по приведенной в ГОСТ 6996-66 формуле.

Временное сопротивление разрыву (предел прочности) при растяжении – условное напряжение, равное отношению нагрузки, предшествующей разрушению, к начальной площади поперечного сечения образца. Определяется по приведенной в ГОСТ 6996–66 формуле.

Относительное удлинение при разрыве – отношение приращения длины образца при растяжении после разрыва к его исходной расчетной длине. Определяется по приведенной в ГОСТ 6996–66 формуле.

Относительное сужение при разрыве – отношение уменьшения площади поперечного сечения образца в месте его разрыва к его исходной площади. Определяется по приведенной в ГОСТ 6996–66 формуле.

Суть метода: образец растягивают в испытательной машине при комнатной температуре в направлении оси образца до разрыва и регистрируют зависимости между растягивающей силой и изменением длины образца в виде диаграммы нагрузка – абсолютное удлинение.

Отбор образцов. *Вырезку заготовок для образцов проводят любыми способами (станки, ножницы, штампы и другие способы, не изменяющие свойств металла заготовки).*

Место вырезки заготовок для образцов, их количество, направление продольной оси образцов по отношению к заготовке, величины припусков при вырезке указываются в нормативно-технической документации на правила отбора проб данной конкретной металлопродукции.

Плоские образцы должны сохранять поверхностные слои проката, если в документации не имеется иных указаний. Там же указываются требования к качеству образцов (шероховатость поверхности, заусенцы, наличие дефектов) и их количество для испытаний.

Для испытаний на растяжение применяют пропорциональные плоские или цилиндрические образцы с размерами, указанными на рис. 6 (типы I–VII) и 7 (типы I, II).

Допускается применение при испытании пропорциональных образцов других размеров. В ГОСТ 1497–84 приведены таблицы с указанием образцов предпочтительных размеров.

Форма и размеры головок и переходных частей цилиндрических и плоских образцов определяются способом крепления образцов в захватах испытательной машины.

Аппаратура: ***разрывные и универсальные испытательные машины в соответствии с ГОСТ 7855–84, тензометры и штангенциркули – с ГОСТом 18957–73, линейки – с ГОСТом 427–75.***

Подготовка к испытаниям. Порядок измерения размеров образцов в рабочей части, подсчета начальной площади поперечного сечения, определения начальной расчетной длины, допустимые пределы погрешности измерений приведены в ГОСТе 1497–84.

Проведение испытаний и обработка результатов ***подробно описаны в ГОСТе 1497–84 для определения следующих характеристик.***

Предел пропорциональности определяют

с помощью тензометров (расчетный способ);

графическим способом (по начальному участку диаграммы, записанной от электрических силоизмерителя и измерителя деформации).

Предел упругости и модуль упругости определяют

с помощью тензометров при разгрузке и нагрузке (расчетный способ);

графическим способом (см. выше).

Предел текучести физический, верхний и нижний пределы текучести, вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 1497–84.

Предел текучести условный определяют расчетным или графическим способами с применением тензометров либо по диаграмме растяжения, полученной на испытательной машине.

Временное сопротивление образца, определяемое наибольшей нагрузкой, предшествующей его разрушению, относительное равномерное удлинение и относительное сужение вычисляют по приведенным в ГОСТ 1497-84 формулам.

В справочном приложении приведены конкретные примеры определения предела пропорциональности, предела упругости, модуля упругости, нагрузки в зависимости от вида диаграмм растяжения, скорости нагружения образца с учетом податливости испытательной машины.

Даны примеры форм протоколов записи результатов испытаний для разных образцов и видов нагружения.

1.3.2. Методы испытаний на растяжение при повышенных температурах

Методы устанавливают правила статических испытаний на растяжение черных и цветных металлов для определения характеристик механических свойств при температурах от 20 до 1200 °С. (в соответствии с ГОСТ 9651–84).

Распространяются на изделия из черных и цветных металлов размером в поперечном сечении 3,0 мм и более или толщиной 0,5 мм и более (в соответствии с ГОСТ 9651–84) и определяют следующие характеристики:

предел пропорциональности $\sigma_{0,05}$ МПа (кгс/ мм^2);

предел упругости $\sigma_{пц}$, МПа (кгс/мм^2);

модуль упругости E, МПа (кгс/мм^2);

предел текучести физический $\sigma_т$, МПа (кгс/мм^2);

предел текучести условный $\sigma_{0,2}$, МПа (кгс/мм^2);

временное сопротивление (предел прочности) $\sigma_в$, МПа (кгс/мм^2);

относительное удлинение после разрыва δ, %;

относительное сужение поперечного сечения после разрыва ψ, %.

Методы не распространяются на испытания проволоки и труб.

Суть методов: образец растягивают при повышенных температурах в испытательной машине в направлении оси образца до разрыва и регистрируют зависимости между растягивающей силой и изменением длины образца в виде диаграммы нагрузка – абсолютное удлинение.

Отбор образцов. Типы и размеры пропорциональных плоских и цилиндрических образцов приведены на рис. 8, 9. Таблицы возможных размеров приведены в ГОСТе 9651–84.

При наличии указаний в нормативно-технической документации на металлопродукцию допускается применение пропорциональных образцов других типов и размеров.

Требования к изготовлению образцов, их предельным отклонениям в размерах рабочей части, маркировке должны соответствовать требованиям ГОСТ 1497–84.

Аппаратура: разрывные и универсальные испытательные машины в соответствии с ГОСТом 7855 и ГОСТом 1497–84 с дополнениями:

рабочее пространство испытательных машин должно позволять устанавливать нагревательное устройство с удлинительными штангами для крепления образцов;

нагревательное устройство должно обеспечивать равномерный нагрев образца по его рабочей части до заданной температуры испытания и поддержание этой температуры на протяжении всего испытания;

первичные термоэлектрические преобразователи должны соответствовать требованиям ГОСТов 6616–74 и 3044–84;

регулирующие и измерительные приборы должны соответствовать требованиям ГОСТов 7164–78; 9245–79; 9736–80.

Подготовка к испытаниям. Измерение размеров образца, определение его начальной площади поперечного сечения, установление, нанесение и измерение начальной расчетной длины производят по ГОСТ 1497–84.

Описан порядок установки первичных термопреобразователей (термопар) на образец.

Проведение испытаний. Образец, находящийся в нагревательном устройстве и нагретый до заданной температуры, после установленного времени выдержки подвергают испытанию. Описаны порядок проведения испытаний, допустимые предельные отклонения от установленной температуры, атмосфера, в которой проводятся испытания. Остальные требования к проведению испытаний, обработке результатов должны соответствовать ГОСТ 1497–84.

Приведены примеры обозначений определяемых характеристик.

1.3.3. Испытания на растяжение при пониженных температурах

Методы устанавливают правила статических испытаний на растяжение черных и цветных металлов для определения характеристик механических свойств при температурах от 20 до –100 °С (в соответствии с ГОСТ 11150–84).

Распространяются на черные и цветные металлы размером в поперечном сечении 3,0 мм и более или толщиной 0,5 мм и более и определяют следующие характеристики:

предел пропорциональности $\sigma_{0,05}$, МПа (кгс/мм^2);

предел упругости $\sigma_{пц}$, МПа (кгс/мм^2);

модуль упругости E, МПа (кгс/мм^2);

предел текучести физический $\sigma_т$, МПа (кгс/мм^2);

предел текучести условный $\sigma_{0,2}$, МПа (кгс/мм^2);

временное сопротивление (предел прочности), $\sigma_в$, МПа (кгс/мм^2);

относительное удлинение после разрыва δ, %;

относительное сужение поперечного сечения после разрыва ψ, %.

Методы не распространяются на испытания проволоки и труб.

Суть методов: образец растягивают в испытательной машине при пониженных температурах в направлении оси образца до разрыва и регистрируют изменения длины образца в виде диаграммы нагрузка – абсолютное удлинение.

Отбор образцов. Требования к изготовлению образцов, качеству их поверхности, их предельным отклонениям в размерах рабочей части, маркировке должны соответствовать ГОСТ 1497–84.

Типы и качество поверхности плоских и цилиндрических пропорциональных образцов приведены на рис. 10, 11 в соответствии с ГОСТом 11150–84, в котором даны таблицы возможных размеров образцов.

Испытания проводят, как правило, на пропорциональных плоских образцах толщиной 5 – 10 мм, головки которых имеют отверстия, или на пропорциональных цилиндрических образцах с диаметром рабочей части от 3 до 10 мм и различной формой головок, зависящей от хрупкости металла при температуре испытания.

Аппаратура: разрывные и универсальные испытательные машины, соответствующие требованиям ГОСТа 1497–84 с дополнениями:

рабочее пространство испытательной машины должно позволять устанавливать криокамеру с удлинительными штангами для крепления образцов;

термоэлектрические преобразователи должны соответствовать требованиям ГОСТа 14894–69;

термометры должны соответствовать ГОСТам 9177–74; 112–78;

регулирующие и измерительные приборы должны соответствовать требованиям ГОСТ 9245–79;

конструкция криокамеры должна обеспечивать равномерное охлаждение рабочей части образца;

охлаждение образца до заданной температуры испытания и испытания необходимо проводить в жидкой среде. Допускается охлаждение образца при испытании проводить в охлажденной газообразной среде.

Для охлаждения образцов до температуры –70 °С применяют этиловый ректификованный спирт по ГОСТу 18300–72, охлажденный

твердым диоксидом углерода по ГОСТу 12162–77 или жидким азотом по ГОСТу 9293–74, а до температур от –70 до –100 °С – жидкий азот.

Подготовка к испытаниям и их проведение. Измерение размеров образца, определение его начальной площади поперечного сечения, установление, нанесение рисок и измерение начальной расчетной длины производят в соответствии с требованиями ГОСТа 1497–84. Там же описаны правила поддержания температуры среды в криостате (допускается временное переохлаждение образца).

Время выдержки образца при заданной температуре испытания указано в ГОСТе 11150–84 в зависимости от диаметра образцов либо должно указываться в нормативно-технической документации на металлопродукцию.

Остальные требования к проведению испытаний и обработке результатов указаны в ГОСТ 1497–84.

Приведены обозначения определяемых характеристик соответствующими цифровыми индексами.

Испытания на растяжение труб при низких температурах (от –100 до –269 °С) осуществляют в соответствии с ГОСТ 22706–77.

Испытания проводят:

на пропорциональных цилиндрических образцах размером рабочей части от 3 до 12 мм и образцах с надрезом диаметром 4–6 мм;

на пропорциональных плоских образцах без надреза сечением от 0,5 до 10 мм^2 (типы 1, 2) и с надрезом от 0,5 до 5 мм^2 (тип 3).

Испытания образцов с надрезом выполняют параллельно с испытаниями образцов без надреза для определения чувствительности металлов к концентраторам напряжений при низких температурах.

1.3.4. Испытания на длительную прочность при растяжении

Метод устанавливает правила испытаний на длительную прочность для изучения поведения металла, в том числе сварных соединений, при постоянном длительном нагружении растяжением в зависимости от температуры и времени (в соответствии с ГОСТом 10145–81).

Суть метода: образец доводят до разрушения под действием постоянной растягивающей нагрузки при постоянной температуре и определяют:

предел длительной прочности, т.е. напряжение, вызывающее разрушение металла за определенное время испытания при постоянной температуре;

контрольную характеристику – время до разрушения при заданном напряжении, которое равно или превышает норму времени, указанную в стандартах или технических условиях на металлопродукцию.

Основным показателем данного вида испытания является время до разрушения при заданной нагрузке, отнесенной к начальной площади поперечного сечения образца.

Принятые обозначения:

предел длительной прочности σ, МПа (кгс/мм^2). К этому символу добавляется сверху температура испытания в °С и снизу – время испытания, ч. Например, σ_{1000}^{800} означает: предел длительной прочности за 1000 ч испытания при температуре 800 °С;

относительное удлинение образца после разрыва δ, %,

относительное сужение образца после разрыва ψ, %.

Образцы для испытаний. Для испытания на длительную прочность применяют следующие образцы:

цилиндричские – диаметром 5 мм с начальной расчетной длиной рабочей части 25 мм;

цилиндрические – диаметром 7 мм с начальной расчетной длиной рабочей части 70 мм;

цилиндрические – диаметром 10 мм с начальной расчетной длиной рабочей части 50 мм;

плоские – с начальной расчетной длиной рабочей части образца $l_р$, мм, и начальной площадью поперечного сечения рабочей части образца $F_о$, мм^2.

Допускается применение пропорциональных образцов других размеров и форм по согласованным техническим условиям на металлопродукцию. Допускается изготовление плоских образцов из проката, если шероховатость поверхности проката не превышает $R_а$ = 2,5 мкм по ГОСТ 2789–73.

Проведение испытаний. Испытания на длительную прочность проводят на испытательных машинах, позволяющих осуществлять постоянное нагружение образца при фиксированной температуре до 1200 °С. Требования к испытательным машинам должны соответствовать ГОСТ 15533–80.

Для приведения структуры испытываемого металла в равновесное для данной температуры состояние образец закрепляют в захватах испытательной машины и нагревают до заданной температуры печью (время нагрева – не более 8 ч), выдерживают при этой температуре не менее 1 ч, после чего прикладывают нагрузку.

1.3.5. Испытание на ползучесть при температуре до 1200 °С

Метод устанавливает правила испытаний на ползучесть черных и цветных металлов и сплавов при температуре до 1200 °С (в соответствии с ГОСТ 3248–81 с учетом ИСО/Р–203, ИСО/Р–204).

Ползучесть – непрерывная пластическая деформация, происходящая при постоянной температуре и постоянном напряжении (постоянной нагрузке) в зависимости от времени.

Предел ползучести – наибольшее условное растягивающее напряжение, при котором скорость или деформация ползучести за определенный промежуток времени не превышает заданной величины: $\sigma_{\dot{\varepsilon}}^{t}$, МПа, где $\dot{\varepsilon}$ – скорость ползучести, %/ч, t – температура испытания, °С.

Примеры условного обозначения:

$\sigma^{700}_{0,2/100}$ – предел ползучести при допуске на деформацию 0,2% за 100 ч испытания при температуре 700 °С. При этом необходимо дополнительно указать суммарную деформацию, при которой определяется предел ползучести;

$\sigma^{600}_{1\cdot10^{-5}}$ – предел ползучести при скорости ползучести $1\cdot10^{-5}$ %/ч при температуре испытания 600 °С. При этом необходимо дополнительно указать время испытания, за которое была достигнута заданная скорость ползучести.

Суть метода: образец подвергают воздействию постоянной растягивающей нагрузки при постоянной температуре и фиксируют деформацию образца во времени. В результате испытания определяют предел ползучести материала.

Образцы для испытания. Испытания на ползучесть проводят на образцах различной формы:

цилиндрических – диаметром 10 мм с расчетной длиной рабочей части 100, 150 и 200 мм;

плоских – шириной 15 мм с расчетной длиной рабочей части 100 мм (толщина образца определяется толщиной проката).

Допускается применение пропорциональных образцов других размеров и форм. Требования к точности измерения образцов до испытаний должны соответствовать ГОСТ 9651–84.

Для приведения структуры исследуемого металла в равновесное для данной температуры испытания состояние образец закрепляют в захватах испытательной машины, нагревают до заданной температуры печью (время нагрева – не более 8 ч) и выдерживают при этой температуре не менее 1 ч, после чего прикладывают нагрузку.

Головки образцов и переходная часть от головки к рабочей длине закрепляют принятым способом крепления измерителя удлинений на образце и способом крепления образца в захватах испытательной машины.

Общие технические требования к машинам для испытаний на ползучесть приведены в ГОСТе 15533–80, к поверке термопар – в ГОСТе 8.338–78, к регулирующей измерительной аппаратуре – в ГОСТах 7164–78, 9245–79, 9736–80.

Определение предела ползучести рекомендуется проводить при допусках на удлинение от 0,1 до 1% при длительности испытания от 50 до 10000 ч.

1.3.6. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении

Согласно механике разрушения, разрушение элементов конструкций (в том числе сварных) является следствием развития трещин, которые возникли либо при изготовлении деталей, либо во время их эксплуатации из-за воздействия нагрузок или коррозии. Механика разрушения позволяет устанавливать количественную связь между напряжением, размерами

трещин и сопротивлением металла стабильному и нестабильному развитию трещин, описывать интенсивность поля напряжений в зоне вершины трещины и определять коэффициент интенсивности напряжений K, МПа·м$^{1/2}$ (кгс/мм$^{3/2}$).

Вязкость разрушения – критическое значение коэффициента интенсивности напряжений, характеризующее момент начала закритического развития трещины, когда ее длина достигает критической величины.

Метод механических испытаний устанавливает правила определения характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) металлов при статическом кратковременном нагружении на образцах толщиной не менее 1 мм в интервале температур от –269 до +600 °С (в соответствии с ГОСТ 25.506–85).

Суть метода: для определения вязкости разрушения образцы с предварительно нанесенной усталостной трещиной испытывают с записью диаграмм нагрузка – смещение или нагрузка – прогиб. По результатам испытаний определяют основные характеристики вязкости разрушения:

K – коэффициент интенсивности напряжений, МПа·м$^{1/2}$ (кгс/мм$^{3/2}$);

K_1 – коэффициент интенсивности напряжений для трещины отрыва, МПа·м$^{1/2}$;

K_{1c} – критический коэффициент интенсивности напряжений, МПа·м$^{1/2}$ (кгс/мм$^{3/2}$);

δ_c – раскрытие в вершине трещины при максимальной нагрузке, мм.

Аппаратура: испытательные машины, метрологические параметры которых соответствуют ГОСТ 7855–84.

Образцы для испытаний. Для определения характеристик вязкости разрушения используют образцы четырех типов:

тип 1 – плоский прямоугольный образец с центральной трещиной для испытаний на осевое растяжение (рис. 12);

тип 2 – цилиндрический образец с кольцевой трещиной для испытаний на осевое растяжение (рис. 13);

тип 3 – прямоугольный компактный образец с краевой трещиной для испытаний на внецентренное растяжение (рис. 14);

тип 4 – плоский прямоугольный образец с краевой трещиной для испытаний на трехточечный изгиб (рис. 15).

Усталостную трещину наносят таким образом, чтобы концентратор нагрузки находился между прямыми, пересекающимися под углом 20 – 30° в вершине трещины. Усталостные трещины в плоских образцах типов 1, 3, 4 наносят при переменном растяжении, а в образцах типа 2 – при круговом изгибе.

Методика испытаний и порядок обработки результатов приведены в ГОСТ 25506–85.

1.3.7. Испытания на растяжение труб

Методы устанавливают правила статических испытаний на растяжение при температуре 20 °С металлических труб для определения следующих характеристик (в соответствии с ГОСТ 10006–80):

предела текучести (физического) $\sigma_т$, МПа (кгс/мм^2);

предела текучести условного $\sigma_{0,2}$, МПа (кгс/мм^2);

временного сопротивления (предела прочности) $\sigma_в$, МПа (кгс/мм^2);

истинного сопротивления разрыву $S_в$, МПа (кгс/мм^2);

относительного удлинения после разрыва δ, %;

относительного сужения после разрыва ψ, %.

Распространяется на трубы бесшовные, сварные, биметаллические.

Суть метода: образцы из металлических труб растягивают при статическом нагружении в направлении оси образца до разрыва и регистрируют зависимости между растягивающей силой и изменением длины образца в виде диаграммы нагрузка – абсолютное удлинение.

Термины и определения, методики проведения испытаний, обработка результатов должны соответствовать ГОСТ 1497–84.

Отбор образцов. Для испытания труб на растяжение применяют продольные и поперечные образцы.

Продольные образцы изготовляют:

в виде отрезка трубы полого сечения без ограничения наружного диаметра;

в виде полосы, вырезанной вдоль оси трубы (сегмент). В ГОСТ 1497–84 приведена таблица, где указана ширина рабочей части образца в зависимости от наружного диаметра трубы и толщины ее стенки. Сегментные образцы могут изготовляться без головок (рис. 16) и с головками (рис 17);

в виде цилиндрического образца типа II или III по ГОСТ 1497–84.

Продольные цилиндрические образцы и образцы в виде полос из сварных труб изготовляют из проб (заготовок), вырезанных из места, расположенного под углом 90° по отношению к положению сварного шва.

Для испытания биметаллических труб с толщиной стенки, указанной в таблице, приведенной в ГОСТ 10006–80, применяются образцы с сохранением плакировки: в виде отрезка трубы полого сечения или сегментных образцов (рис. 16, 17) .При испытании биметаллических труб с толщиной стенки больше, указанной в таблице, изготовляют цилиндрические образцы из основного слоя.

При испытании профильных труб, имеющих плоские грани или участки с цилиндрической поверхностью, допускается изготовление продольных полос шириной рабочей части не менее 8 мм.

Начальная расчетная длина образцов устанавливается в соответствии с ГОСТ1497–84. Форма головки и размеры переходной части образцов могут изменяться в зависимости от конструкции машины.

Предельные отклонения по ширине рабочей части сегментных образцов должны соответствовать указанным в таблице, ГОСТа 10006–80.

Продольные образцы в виде полосы должны сохранять поверхностные слои нетронутыми.

Поперечные образцы изготовляют цилиндрическими пропорциональными, вырезанными из тела трубы перпендикулярно ее продольной оси, с размерами, указанными в таблице, приведенной в том же ГОСТе.

Образцы для испытаний могут быть: цилиндрические и плоские (для труб большого диаметра); в виде отрезков трубы; в виде сегментов.

Для толстостенных труб большого диаметра испытания механических свойств проводят на поперечных цилиндрических образцах, вырезанных из тела трубы перпендикулярно ее продольной оси.

Подробно описана подготовка образцов к испытаниям: качество их поверхности, измерение размеров, разметка образцов.

Аппаратура: разрывные и универсальные испытательные машины всех систем, соответствующие требованиям ГОСТов 10006–80 и 7855–84.

При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

надежное центрирование образца в захватах испытательной машины;

плавность возрастания нагрузки при нагружении образца;

система машина – образец должна иметь характеристику упругой податливости, которая учитывается при выборе скорости нагружения образца.

Проведение испытаний. Скорость испытания образцов контролируют по ГОСТ 1497–84: до предела текучести, в период его прохождения, после его прохождения.

Скорость нагружения до начала текучести образца с учетом податливости испытательной машины выбирают также в соответствии с ГОСТ 1497–84.

Испытание плоских и цилиндрических образцов проводят по ГОСТ 1497–84.

При испытании образцов в виде отрезков труб полого сечения концы образцов, захватываемые зажимами машин, плотно закрывают металлическими пробками (рис. 18) цилиндрическими или с углом конусности до 1° (рис. 19). Допускается проводить испытания круглых и профильных труб на образцах со сплющенными концами (рис. 20).

Указаны случаи и причины проведения повторных испытаний.

При обработке результатов и определении необходимых механических характеристик приведены порядок измерения образцов после испытаний и вычисление результатов. Даны формулы расчетов, формы протоколов испытаний.

Испытания на растяжение при повышенных температурах (от 20 до 1200 °С) проводят в соответствии с ГОСТ 9651–84. Испытания проводят на пропорциональных плоских образцах толщиной от 0,5 до 10 мм, головки которых имеют отверстия, или на пропорциональных цилиндрических образцах с резьбовыми головками и диаметром рабочей части 5 – 10 мм.

Испытания на растяжение труб при пониженных температурах (от 20 до –100 °С проводят в соответствии с ГОСТ 11150–84. Там же указаны требования к изготовлению образцов: испытания проводят на пропорциональных плоских образцах толщиной 5–10 мм, головки которых имеют отверстия, или на пропорциональных цилиндрических образцах с диаметром рабочей части образцов от 3 до 10 мм и различной формой головок, зависящей от хрупкости металла при температуре испытания.

Испытания на растяжение труб при низких температурах (от – 100 до – 269 °С) выполняют в соответствии с ГОСТ 22706–77.

Испытания проводят:

на пропорциональных цилиндрических образцах размером рабочей части от 3 до 12 мм и образцах с надрезом диаметром 4–6 мм;

на пропорциональных плоских образцах без надреза сечением от 0,5 до 10 мм^2 (типы 1, 2) и с надрезом сечением от 0,5 до 5 мм^2 (тип 3).

Испытания образцов с надрезом проводят параллельно с испытаниями образцов без надреза для определения чувствительности металлов к концентраторам напряжений при низких температурах.

1.3.8. Испытания на растяжение тонких листов и лент

Методы устанавливают правила статических испытаний на растяжение тонких листов и лент из черных и цветных металлов для определения характеристик их механических свойств при температуре 20 +15 °С (в соответствии с ГОСТ 11701–84).

Распространяются на листы и ленты толщиной до 3,0 мм и определяют следующие характеристики:

предел пропорциональности $\sigma_{пц}$, МПа (кгс/мм^2);

предел упругости $\sigma_{0,05}$, МПа (кгс/мм^2);

предел текучести физический $\sigma_т$, МПа (кгс/мм^2);

предел текучести условный $\sigma_{0,2}$, МПа (кгс/мм^2);

временное сопротивление (предел прочности), $\sigma_в$, МПа (кгс/мм^2);

относительное равномерное удлинение δ, %;

относительное удлинение после разрыва δ, %.

Суть метода: образцы из тонких листов и лент растягивают при статическом нагружении в направлении оси образца до разрыва и регистрируют зависимости между растягивающей силой и изменением длины образца в виде диаграммы нагрузка – абсолютное удлинение.

Отбор образцов. Вырезку заготовок для образцов и изготовление образцов проводят в соответствии с ГОСТ 1497–84.

Для испытания применяют пропорциональные плоские образцы, размеры которых указаны в таблицах, приведенных в ГОСТ 11701–84. Характерные формы таких образцов показаны на рис. 21 и 22. При наличии указаний в нормативно-технической документации на металлопродукцию допускается испытывать ленту с учетом допусков на размеры, предусмотренные для испытываемой продукции. Не допускается правка

заготовок или образцов, деформирование их изгибом или местным перегибом.

Предельные отклонения по ширине образцов приведены также в соответствующих таблицах ГОСТ 11701–84.

Аппаратура: разрывные и универсальные испытательные машины, соответствующие ГОСТ 7855–84; штангенциркули, микрометры, тензометры, соответствующие ГОСТ 1497–84 и ГОСТ 10388–81.

Подготовка и проведение испытаний. Описаны правила измерения размеров образцов перед испытаниями с погрешностью, указанной в таблице, и вычисления площади поперечного сечения образца.

Значения предела пропорциональности, предела упругости, пределов текучести (физического и условного), временного сопротивления, относительного удлинения после разрыва и относительного равномерного удлинения вычисляют на образцах по методикам, приведенным в ГОСТ 1497–84.

Допускается определение коэффициента пластической анизотропии, показателя деформационного упрочнения и неравномерности пластической деформации. Методики этих определений и конкретные примеры приведены в ГОСТ 11701–84.

1.3.9. Испытание на растяжение проволоки

Метод устанавливает правила испытания на статическое растяжение при температуре 20 +15 °С проволоки из металлов и их сплавов (в соответствии с ГОСТ 10446–80).

Распространяется на проволоку диаметром или максимальным размером поперечного сечений, не превышающим 16 мм круглого, квадратного, а также прямоугольного сечения и специального профиля с отношением ширины к толщине не более 4 с постоянным поперечным сечением и проволоку периодического профиля.

Суть метода: растяжение образцов из металлической проволоки при статическом нагружении в направлении оси образца до разрыва и регистрация зависимости между растягивающей силой и изменением длины образца в виде диаграммы нагрузка – абсолютное удлинение.

Отбор проб. Образцами для испытания служат отрезки проволоки. Методы отбора проб указываются в нормативно-технической документации на проволоку. Длина образцов указана в ГОСТ 10446–80. Для образцов проволоки круглого сечения диаметром от 4 мм, а также прямоугольного и другого вида сечений толщиной от 3 мм длину устанавливают по ГОСТ 1497–84.

Проведение испытаний. Испытательное оборудование и средства измерений применяют в соответствии с ГОСТ 1497–84. Порядок подготовки образцов к испытаниям и проведение испытаний проволоки на растяжение с определением пределов пропорциональности, упругости, текучести и временного сопротивления подробно описаны в ГОСТ 1497–84 с

дополнениями. Там же приведены формулы расчета указанных характеристик.

1.4. Метод испытания на сжатие

Метод устанавливает правила испытаний металлов на сжатие в широком интервале температур (в соответствии с ГОСТ 25.503-80).

Суть метода: образец подвергают одноосному сжатию в широком интервале температур.

В результате испытаний на сжатие определяют:

модуль упругости E, МПа (кгс/мм^2);

предел упругости $\sigma_{п.ц}$, МПа (кгс/мм^2);

физический предел текучести, $\sigma_т$, МПа (кгс/мм^2);

условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа (кгс/мм^2);

предел прочности при сжатии $\sigma_в^с$, МПа (кгс/мм^2).

Термины, определения и обозначения, применяемые при описании данного метода, приведены в Приложении к ГОСТ 25.503–80. Основные их них следующие:

модуль упругости при сжатии – отношение нормального напряжения к вызванной им линейной деформации;

предел упругости при сжатии – напряжение, при котором относительная остаточная деформация (укорочение) образца достигает 0,05% от первоначальной расчетной высоты образца;

физический предел текучести при сжатии – наименьшее напряжение, при котором образец деформируется без заметного увеличения сжимающей нагрузки;

условный предел текучести при сжатии – напряжение, при котором относительная остаточная деформация (укорочение) образца достигает 0,2% от первоначальной расчетной высоты образца;

предел прочности при сжатии – напряжение, соответствующее наибольшей нагрузке, предшествующей разрушению.

Для испытаний на сжатие используются цилиндрические образцы двух типов: с гладкими торцами диаметром от 10 до 30 мм и высотой от 30 до 90 мм (для определения предела упругости) и высотой 160 мм (для определения модуля упругости) и торцевыми вытачками с диаметром образцов от 10 до 30 мм (для построения кривой упрочнения).

Требования к аппаратуре, образцам, подготовке и проведению испытаний металлов на сжатие при комнатной температуре приведены в ГОСТ 25503–80.

В качестве испытательных машин применяют машины всех систем, отвечающие требованиям ГОСТов 7855–74 и 8905–73.

При проведении испытаний на сжатие испытательные машины должны быть оснащены преобразователем силы и тензометром или преобразователем силы и перемещений с самопишущим прибором. При этом класс точности тензометров должен быть 1 по ГОСТ 18956–73.

Общие правила отбора проб, заготовок и образцов для испытаний на сжатие приведены в ГОСТ 7654–73.

Подготовка и методика проведения испытаний на сжатие при комнатной температуре описаны в ГОСТ 25.503–80. Для испытаний на сжатие при низких и высоких температурах используют специальные приспособления, позволяющие осуществлять нагрев или охлаждение образцов. При нагреве образцов необходимо давать выдержку при температуре испытания, позволяющую обеспечить стабильность структуры.

1.5. Методы испытаний на изгиб

1.5.1. Испытания на статический изгиб

Методы устанавливают правила испытаний на изгиб при комнатной температуре для определения способности металла выдерживать заданную степень пластической деформации, характеризуемую углом изгиба, или для оценки предельной пластичности металла при изгибе, характеризуемой углом изгиба до образования первой трещины (в соответствии с ГОСТ 14019–2003 с учетом ИСО 7438–85).

Суть методов: образец с постоянной площадью поперечного сечения изгибают сосредоточенной нагрузкой в середине между опорами. При этом в одной из наружных зон возникают растягивающие, в противоположной – сжимающие напряжения. При достижении предела текучести наступает пластическое течение с последующим возникновением трещин.

Оборудование. Испытания на изгиб проводят на испытательных машинах или прессах:

до заданного угла изгиба (рис. 23);

до появления первой трещины в растянутой зоне образца с определением угла изгиба;

до параллельности сторон образца (рис. 24, *а*);

до соприкосновения противоположных сторон образца (рис. 24, *б*).

Образцы для испытаний. Образцы толщиной менее 4 мм испытывают на изгиб вокруг жестко закрепленной в тисках оправки (рис. 25). Образец одним концом зажимают в тисках и изгибают на заданный угол. Допускается проводить испытания на изгиб до заданного угла на специальных приспособлениях с углублениями U- или V-образной формы (рис. 26).

Места вырезки заготовок для изготовления образцов на изгиб и величины припусков, предохраняющих металл образца от влияния нагрева и наклепа, должны соответствовать ГОСТ 7564–97.

При толщине проката до 30 мм включительно образцы изготавливают с сохранением поверхностных слоев проката, при большей толщине изготавливают механически обработанные образцы толщиной 25 мм, при этом одну сторону образца оставляют необработанной. Эта сторона должна находиться в растянутой зоне. Ширина образца должна быть равна двум его толщинам, а для образцов толщиной менее 5 мм – 10 мм.

Испытания на изгиб металла круглого или многоугольного сечения проводят в сечении, равном сечению полуфабриката. Из массивных поковок и отливок вырезают образцы толщиной 20 ± 5 мм.

Проведение испытаний. При испытании до заданного угла загиба образец устанавливают на опоры (рис. 27) и изгибают с помощью оправки (рис. 28) до заданного угла.

Испытания на изгиб до появления первой трещины проводят по аналогичной методике, что и изгиб до заданного угла. Угол изгиба измеряют без снятия нагрузки. Допускается измерять угол изгиба после снятия нагрузки. Момент появления первой трещины определяют визуально.

Испытания на изгиб до параллельности или соприкосновения сторон проводят после предварительного изгиба образца на угол не менее 150°. Догиб продолжают между параллельными плоскостями до соприкосновения сторон образца с прокладкой, толщина которой равна толщине (диаметру) оправки (см. рис. 1.24, *а*) или продолжают догиб между двумя параллельными плоскостями плавно нарастающим усилием до соприкосновения сторон образца с образованием естественной петли (см. рис. 1.24, *б*).

Испытания на изгиб до появления первой трещины проводят по той же методике, что и изгиб до заданного угла. Угол изгиба измеряют без снятия нагрузки.

1.5.2. Испытание на перегиб проволоки

Метод устанавливает правила испытаний на перегиб металлической проволоки при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 1579–93).

Суть метода: производят загиб образца на 90°, затем второй загиб (перегиб) этого образца на 180° в противоположную сторону, третий загиб этого же образца на 180° в сторону, противоположную предыдущему перегибу и так далее до разрушения образца или до заданного числа перегибов, установленного техническими условиями на проволоку. Последний перегиб, при котором произошло разрушение образца, в расчет не принимают.

Аппаратура. На рис. 29 приведена схема прибора для испытаний проволоки на перегиб. Испытывают проволоку круглого или фасонного профиля диаметром от 0,5 до 10 мм. Длина образца должна быть 100 – 150 мм.

Проведение испытаний. Порядок измерений и обработка результатов приведены в ГОСТ 1579–93.

Испытания на перегиб проволоки проводят с частотой, не превышающей 60 перегибов/мин для проволоки диаметром 5,0 мм и менее и 30 перегибов/мин для проволоки диаметром свыше 5,0 мм.

1.5.3. Испытание на перегиб листов и ленты

Метод устанавливает правида испытания на перегиб листов и лент из металлов при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 13813–68). Распространяется на ленты, листовой и полосовой прокат толщиной менее 4 мм .

Суть метода: производят изгиб плоского образца на 90° вправо и влево от вертикали и визуально фиксируют появление трещин на наружной поверхности, на кромках образца или полное его разрушение.

Образцы для испытаний. Требования к заготовкам для образцов при вырезке их из проката, к самим образцам (качество поверхности, размеры), допускаемой их правке описаны в ГОСТе.

Толщина образцов должна быть равна толщине испытываемого проката и сохранять прокатанную поверхность или покровный слой (полуду, оцинковку и т.д.). Ширина образцов должна быть 20 мм, длина – 100–150 мм.

Проведение испытаний. Испытания на перегиб должны проводиться с частотой 60 перегибов/мин. Испытания проводят на приборе, схема которого дана на рис. 1.29, со сменными губками и валиками, предназначенными для загиба листов и лент толщиной менее 4 мм. Описаны требования к этому прибору. Приведены правила и порядок проведения испытаний на перегиб, выбор скорости испытаний.

Методика испытаний, порядок измерений и обработка результатов приведены в ГОСТ 13813–68.

Результаты испытаний определяют в соответствии с требованиями технических условий на металлопродукцию.

1.5.4. Испытание на изгиб навивкой листов и лент толщиной менее 2,5 мм

Метод устанавливает правила определения деформации и прочности при изгибе навивкой листов и лент (в соответствии с ГОСТ 30003–93).

Распространяется на плоские образцы из черных и цветных металлов и изделий из них толщиной менее 2,5 мм при температуре 20 ± 15 °С.

Допускается применение метода для испытания неметаллических материалов при тех же условиях.

Суть метода: образцы навивают без скольжения на боковую поверхность прямого цилиндра, основание которого имеет вид логарифмической спирали, и вычисляют деформации и напряжения в образце, возникающие под действием приложенной нагрузки.

Отбор образцов для испытаний проводится по нормативной документации на конкретные изделия с дополнениями, указанными в ГОСТ 30003–93: образцы должны быть плоскими, прямоугольного сечения, длиной не менее 280 мм, шириной не более 60 мм при толщине менее 1 мм, а при толщине от 1 до 2,5 мм ширина образца определяется по формуле, приведенной в ГОСТ 30003–93.

Для оценки характеристик конструкционной прочности допускается изготовление образцов шириной, равной ширине изделия, но не более 90 мм.

Аппаратура: универсальные испытательные машины по ГОСТ 28840, приспособление для проведения испытания, схема которого приведена на рис. 30.

В ГОСТ 30003–93 подробно описаны подготовка образцов к испытаниям, порядок их проведения. Обработка результатов проводится по приведенным в том же ГОСТе формулам. При этом определяют:

максимальную упругую деформацию $\varepsilon_у$, %;

предельную деформацию образца ε, %;

прочность при изгибе $\sigma_{из}$, МПа (кгс/мм^2);

напряжение неразрушенного образца $\sigma_{из}$, МПа (кгс/мм^2), соответствующее максимальной деформации наружных слоев материала.

1.6. Методы измерения твердости

Определение твердости относят к наиболее часто используемым методам механических испытаний металлов, поскольку эти методы являются относительно простыми и нетрудоемкими. Большинство методов основано на вдавливании в испытываемый металл индентора, и образующуюся при этом пластическую или упругую деформацию рассматривают как меру твердости металла.

Широко используемые в практике методы определения твердости различаются по типу нагружения (статические и динамические) и форме индентора, вдавливаемого в металл.

1.6.1. Измерение твердости при статическом нагружении

Методы измерения твердости при статическом нагружении различаются формой индентора (шарик, пирамида), его материалом (высокопрочные стали, твердые сплавы, алмаз) и величиной прилагаемой нагрузки.

При большом размере отпечатка (определение твердости по Бринеллю, Роквеллу, Виккерсу) получают усредненные значения твердости для макрообъемов металла. При малых размерах отпечатка, соизмеримых со структурными составляющими (метод измерения микротвердости) выявляют твердость отдельных структурных составляющих.

Измерение твердости по Бринеллю

Метод устанавливает правила измерения твердости металлических материалов при статическом нагружении (в соответствии с ГОСТ 9012–59 с учетом ИСО 6506–81 и ИСО 4100–82).

Суть метода: шарик, твердость которого выше твердости испытываемого металла, в течение фиксированного времени вдавливают с заданной силой в поверхность испытываемого образца или детали. При этом образуется отпечаток в виде полусферы.

Измерение твердости проводят при комнатной температуре.

Твердость по Бринеллю при применении стального шарика или шарика из твердого сплава определяют по формуле, приведенной в ГОСТ 9012–59.

При определении твердости по Бринеллю, как правило, пользуются таблицами, приведенными в ГОСТ 9012–59, по измеренному диаметру отпечатка. Диаметр отпечатка измеряют посредством микроскопов, имеющих измерительные шкалы.

Значения твердости по Бринеллю обозначаются безразмерной величиной с указанием символа материала шарика HB (при стальном шарике) и HBW (при шарике из твердого сплава). После символа указывают диаметр шарика, мм, значение приложенной нагрузки в кгс, продолжительность выдержки, если она не лежит в интервале 10 – 15 с.

Пример: 250 HB5/750 означает твердость по Бринеллю 250, определенная при применении стального шарика диаметром 5 мм при усилии 750 кгс (7355 Н) и продолжительности выдержки от 10 до 15 с.

Критерием пригодности отпечатка для измерения служит четкий край окружности отпечатка. При твердости металла менее 450 единиц применяются стальные шарики или шарики из твердого сплава. При твердости 450 – 650 единиц – шарики из твердого сплава.

Диаметр шарика (D) и соответствующую нагрузку (F) выбирают так, чтобы диаметр отпечатка находился в пределах от 0,24 до 0,6D. Расстояние между центром отпечатка и краем образца должно быть не менее 2,5D, а между центрами соседних отпечатков – не менее 4D.

Диаметр отпечатка измеряют посредством микроскопов с измерительными шкалами.

Измерение твердости по Бринеллю с помощью переносных твердомеров статического действия

Метод устанавливает правила определения твердости металлических материалов при статическом нагружении при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 22761–77).

Суть метода: шарик из стали или карбида вольфрама диаметром 1 или 2,5 мм, твердость которого выше твердости испытываемого металла, в течение фиксированного времени вдавливают с заданной силой в измеряемую поверхность образца или детали. При этом образуется отпечаток в виде полусферы.

Приведены требования к аппаратуре, подготовке образцов и деталей к измерениям, методике измерений и обработке результатов.

Поверка переносных приборов проводится в соответствии с требованиями ГОСТ 8.043–72.

Твердость определяется по формуле, приведенной в ГОСТ 9012–59 , но, как правило, при измерении пользуются таблицами, приведенными в ГОСТ 22761–77. Диаметр отпечатка измеряется посредством микроскопов, имеющих измерительные шкалы.

Значения твердости НВ дополняются индексами, указывающими условия измерения: цифра перед НВ указывает твердость, МПа (кгс/мм^2), первая цифра после НВ указывает диаметр шарика, мм, вторая – нагрузку, Н (кгс) и третья – продолжительность выдержки, с.

Пример: запись 3000 НВ 2,5/1838/10 означает твердость по Бринеллю, равную 3000 МПа при испытании шариком диаметром 2,5 мм под нагрузкой 1838 Н и выдержке в течение 10 с.

При испытании шариком из карбида вольфрама к обозначению НВ добавляется буква W с сохранением указанных выше индексов.

Измерение твердости по Роквеллу

Метод устанавливает правила измерения твердости при статическом нагружении металлических материалов (в соответствии с ГОСТ 9013–59 с учетом ИСО 6508–86).

Суть метода: в поверхность образца вдавливают алмазный конусный или стальной сферический наконечник под действием последовательно прилагаемых предварительного F_0 и основного F_1 усилий, определяют глубину внедрения наконечника, которая служит мерой твердости.

В отличие от методов определения твердости по Бринеллю и Виккерсу, требующих измерения величины отпечатка индентора и определения с помощью соответствующих таблиц величины твердости, что является достаточно трудоемким процессом, измерение твердости по Роквеллу позволяет сразу получать результат измерения на шкале стрелочно-испытательного прибора.

Твердость измеряют при комнатной температуре. Диапазон измерений единиц твердости от 20 до 100.

Толщина образца должна не менее, чем в 10 раз превышать глубину внедрения наконечника после снятия основной нагрузки.

Приборы для измерения твердости по Роквеллу должны соответствовать требованиям ГОСТ 23677–79.

Наконечник алмазный конусный типа НК должен соответствовать ГОСТ 9377–81, наконечник шариковый стальной – ГОСТ 3722–81. Номинальные диаметры шариков должны быть 1,588 мм или 3,175 мм по ГОСТ 3722–81.

Расстояние между центрами двух соседних отпечатков должно быть не менее 2 мм, а расстояние от центра отпечатка до края образца – не менее 1 мм.

Число твердости по Роквеллу определяется по шкале индикатора или по показателю отсчетного устройства с округлением до 0,5 единицы твердости.

Измерение твердости по Виккерсу

Метод устанавливает правила измерения твердости при статическом нагружении металлических материалов (в соответствии с ГОСТ 2999–75 с учетом ИСО Р 81–67).

Суть метода: в поверхность образца внедряют алмазный наконечник в виде правильной четырехгранной пирамиды под действием нагрузки P, приложенной в течение определенного времени, и измеряют диагонали отпечатков d_1 и d_2, оставшихся на поверхности образца после снятия нагрузки. Твердость измеряют при комнатной температуре.

Твердость по Виккерсу обозначается HV и определяется по формуле, приведенной в ГОСТ 2999–75.

Алмазный наконечник должен соответствовать требованиям ГОСТ 9377–74.

Образцовые меры твердости для поверки прибора должны соответствовать требованиям ГОСТ 9031–63.

Поверхность испытываемого образца или детали должна быть свободной от оксидной пленки и посторонних загрязнений.

Минимальная толщина образца должна быть для стальных изделий больше диагонали отпечатка в 1,2 раза, для изделий из цветных металлов – в 1,5 раза.

При измерении твердости алмазной пирамидой применяются следующие нагрузки: 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 50,0; 100,0 кгс. Продолжительность выдержки должна быть 10 – 15 с.

Расстояние между центром отпечатка и краем образца или между соседними отпечатками должно быть не менее 2,5 длины диагонали отпечатка.

Полное обозначение твердости по Виккерсу складывается из следующих символов: индекса HV, величины приложенной нагрузки кгс, длительности нагружения, с, указываемой через черточку. Сама величина твердости ставится в конце обозначения. Например, запись HV 30/20-420 означает число твердости 420, полученное при нагрузке 30 кгс и времени выдержки 20 с.

При определении твердости по Виккерсу, как правило, пользуются таблицами, приведенными в ГОСТ 2999–75, по измеренной диагонали отпечатка.

Толщина образца или детали должна быть не менее 1 мм.

Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников

Метод устанавливает правила измерения микротвердости отдельных структурных составляющих металлических материалов при статическом нагружении в условиях комнатной температуры (в соответствии с ГОСТ 9450–76).

Испытания проводят двумя методами.

1. По восстановленному отпечатку (основной метод).

Суть метода: на испытываемую поверхность образца наносят отпечаток под действием статической нагрузки, приложенной к алмазному наконечнику в течение определенного времени. После удаления нагрузки и измерения параметров полученного отпечатка число микротвердости определяют по формулам или ,чаще всего, по таблицам, приведенным в ГОСТ 9450–76.

2. По невосстановленному отпечатку (дополнительный метод).

Суть метода: в поверхность образца вдавливают алмазный наконечник под действием статической нагрузки в течение определенного времени с одновременным измерением глубины отпечатка.

Число микротвердости определяют делением приложенной к алмазному наконечнику нормальной нагрузки на условную площадь боковой поверхности отпечатка, соответствующую его измеренной глубине. Число микротвердости определяют по формулам или, чаще всего, по таблицам, приведенным в ГОСТ 9450–76.

Аппаратура: микротвердомеры типа ПМТ-5. Приборы комплектуются алмазными наконечниками в виде:

четырехгранной пирамиды с квадратным основанием (наиболее применяемая);

трехгранной пирамиды с основанием в виде равностороннего треугольника;

четырехгранной пирамиды с ромбическим основанием;

бицилиндрического наконечника.

Шероховатость контролируемой поверхности образца не должна быть грубее R_a = 0,32 мкм, определяемой по ГОСТ 2789–73

Проведение испытаний. При испытании образцов на микротвердость применяют нагрузки от 5 до 200 гс. При выборе нагрузки исходят из предполагаемой глубины отпечатка. Минимальная толщина образца или слоя должна превышать глубину отпечатка не менее, чем в 10 раз. Расстояние от центра отпечатка до края образца должно быть не менее двойного размера отпечатка, а расстояние между центрами отпечатка должно превышать размер отпечатка более, чем в 3 раза. Размер отпечатка измеряют на микроскопе, встроенном в прибор, либо на инструментальном микроскопе.

При измерении микротвердости отдельных структурных составляющих необходимо, чтобы получаемый отпечаток относился только к исследуемой структурной составляющей. О нарушении этого требования свидетельствует искажение формы отпечатка или большой разброс значений твердости.

Измерение микротвердости царапанием алмазными наконечниками

Метод устанавливает правила измерения микротвердости царапанием поверхностного слоя (нанесением канавки) четырехгранной или трехгранной алмазной пирамидой при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 21318–75).

Метод имеет ограниченное применение при проведении металлографических исследований.

Измерение пластической твердости

Метод устанавливает правила измерения пластической твердости металлических материалов при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 18835–73).

Суть метода: метод основан на измерении пластической твердости металлов при вдавливании в них шариков или сферических наконечников.

При измерении пластической твердости металлов стальной и твердосплавный шарик или сферический наконечник, размер кривизны которого равен половине диаметра, вдавливают в поверхность испытываемого образца или детали последовательно прилагаемыми нагрузками P_1 и P_2, действующими в течение определенного времени. После снятия каждой нагрузки измеряют отвечающую ей глубину отпечатка на поверхности испытываемого объекта.

Используются испытательные машины по ГОСТ 9030–64 или твердомеры ТШ–2 с приспособлениями, указанными в ГОСТ 18835–73.

Глубину отпечатка шарика на испытываемой поверхности и поверхности контрольного бруска измеряют индикаторным глубиномером с ценой деления 0,001.

Число пластической твердости (НД) вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 18835–73.

При определении пластической твердости, как правило, пользуются таблицами, приведенными в ГОСТ 18835–73.

Измерение твердости на пределе текучести металлов вдавливанием шара

Метод устанавливает правила измерения твердости на пределе текучести металлических материалов при комнатной температуре(в соответствии с ГОСТ 22762–77).

Твердость на пределе текучести характеризуется средним напряжением в лунке при вдавливании шара, когда в ней появляется средняя остаточная деформация, близкая к 0,2%, возникающая при отношении диаметра лунки к диаметру шара, равном 0,09.

Суть метода: шар вдавливают в поверхность испытываемого образца или детали нагрузкой P таким образом, чтобы измеренный диаметр отпечатка был меньше 0,09 диаметра шара не более, чем на 5%, с выдержкой под нагрузкой 1 с. После снятия нагрузки измеряют диаметр отпечатка в двух взаимно перпендикулярных направлениях. В эту же лунку производят последующее вдавливание шара с нагрузкой P таким образом, чтобы измеренный диаметр отпечатка был больше 0,09 диаметра шара на 5%. По

значениям P_1 и P_2 методом интерполяции определяют нагрузку на пределе текучести $P_{0,2}$.

Твердость на пределе текучести обозначают символом $H_{0,2}$ и определяют по формуле:

$H_{0,2} = 156,9\ P_{0,2}/D_2$, кгс/мм^2.

При определении твердости на пределе текучести, как правило, пользуются таблицами, приведенными в ГОСТ 22762–77. Число твердости, кгс/мм^2, ставится перед символом. Например, 1200 $H_{0,2}$ МПа (122,4 $H_{0,2}$ кгс/мм^2).

1.6.2. Измерение твердости при динамическом нагружении

При определении твердости при динамическом нагружении индентор воздействует на поверхность металла, падая с определенной высоты или под действием ударной нагрузки. Твердость определяется по высоте отскока или по размеру полученного отпечатка.

Приборы для определения твердости методом удара отличаются от других малыми размерами, легкостью транспортировки, что позволяет использовать их не только в лабораторных, но и в производственных условиях. Кроме того, этот метод позволяет испытывать крупногабаритные полуфабрикаты или детали больших размеров. Однако меньшая по сравнению со статическими методами испытания точность этих методов во многих случаях дает лишь предварительные оценки величины твердости.

Измерение твердости посредством упругого отскока бойка (по Шору)

Метод устанавливает правила измерения твердости металлов посредством упругого отскока бойка при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 23273–78).

Суть метода: боек определенной массы с алмазным наконечником вертикально падает с заданной высоты на испытываемую поверхность. Высота отскока бойка h принимается за характеристику твердости и измеряется в условных единицах. Испытания проводятся при комнатной температуре.

Масса детали при измерении твердости прибором, установленным непосредственно на деталь, должна быть не менее 5 кг. Образцы, устанавливаемые на столик твердомера, должны иметь массу не менее 0,1 кг и толщину не менее 10 мм.

По шкале с произвольно нанесенными делениями 100 единиц можно непосредственно считывать значения твердости, определяемые высотой отскока. По шкале Шора за 100 единиц твердости принята максимальная твердость стабилизированного после закалки на мартенсит образца из эвтектоидной инструментальной стали по ГОСТ 1435–74.

Прибор для измерения твердости должен обеспечивать высоту отскока бойка h_1, равную 13,6 мм ± 0,3 мм для 100 единиц твердости по Шору, высоту падения бойка 19,0 + 5 мм. Остальные требования к твердомерам Шора, выпускаемым по ГОСТ 24746–81, должны соответствовать ГОСТ 8.426–81.

Поверхность испытываемой детали должна иметь шероховатость не более R_a = 2,5 мкм по ГОСТ 2789–73.

Детали больших размеров испытывают посредством съемной части прибора. Прибор устанавливают вертикально по уровню, вмонтированному в корпус прибора в соответствии с требованиями ГОСТ 3059–75.

Расстояние между двумя соседними отпечатками и от края детали до отпечатка должно быть не менее 2 мм.

Твердость по Шору обозначается индексом HSD. Например, 85HSD.

Величина твердости по Шору не имеет точного метода перевода на другие величины твердости.

Измерение твердости посредством ударного отпечатка

Метод устанавливает правила измерения твердости металлических материалов посредством ударных отпечатков (в соответствии с ГОСТ 18661–73 для сталей и ГОСТ 28868–90 для цветных металлов).

Суть метода: индентор (шарик или конус внедряют с помощью ударно действующей нагрузки одновременно в поверхность испытываемой детали и в поверхность испытываемого бруска. Измеряют размеры отпечатков на контрольном бруске и испытываемой детали и определяют по таблицам, приведенным в ГОСТ, сравнительную твердость.

Испытания проводят при температуре от –10 до 50 °С.

Используются переносные твердомеры с энергией удара от 0,03 до 2,5 кгс·м (для конического индентора) и от 0,03 до 0,7 кгс·м (для шарового индентора) при начальной скорости удара от 1 до 5 м/с.

Диаметры ударных отпечатков измеряют посредством отсчетного оптического микроскопа с погрешностью + 0,01 мм на одно деление шкалы для конического индентора и + 0,05 мм для шарового индентора. Глубину отпечатка шарика измеряют индикаторным глубиномером с ценой деления 0,01 мм.

Стальные шарики из термически обработанной стали с твердостью не менее *H* 850 диаметром 5 или 10 мм должны иметь предельные отклонения диаметра в соответствии с ГОСТ 3722–60. Шероховатость шарика $R_a \leq 0{,}40$ мкм в соответствии с ГОСТ 2789–73.

Двусторонний конус из твердого сплава должен иметь углы при вершинах 136° и радиус закругления не более 0,2 мм.

Поверхности испытываемой детали и контрольного бруска должны иметь шероховатость не более $R_a \leq 1{,}25$ мкм в соответствии с ГОСТ 2789–73.

Минимальная толщина испытываемой детали должна быть не менее 10-кратной глубины отпечатка.

При испытаниях коническими инденторами применяют стальные контрольные бруски сечением 4,5 х 4,5 мм любой твердости в интервале HV 100 – 360, а при испытании шаровыми инденторами применяют стальные контрольные бруски сечением 10 х 10 мм любой твердости в интервале HB 120–200.

При измерении сравнительной твердости контрольного бруска и детали (образца) конический индентор внедряют путем приложения кратковременной динамической нагрузки, создаваемой ударным механизмом.

После испытания индентор снимают с испытываемой поверхности и с помощью оптического микроскопа измеряют диаметры отпечатков конуса на поверхности контрольного бруска и испытываемой детали.

Твердость по конусу обозначается символом НК 136 с углом при вершине 136° и равна твердости по Виккерсу, измеренной посредством четырехгранной алмазной пирамиды с углами между противоположными гранями, равными 136°.

Сравнительную твердость испытываемой детали коническим индентором (аналогично твердости по Виккерсу HV) определяют расчетным путем или по таблицам в зависимости от HV – среднего значения твердости, измеренной на контрольных брусках.

Аналогично определяют HB_c – твердость испытываемой детали шариковым индентором (аналогично испытанию твердости по Бринеллю).

Твердость, измеряемая с помощью стального шарика, обозначается символом HB_c, а с помощью конического индентора – HV_c.

Сравнительная твердость испытываемого образца HV_c в зависимости от отношения диаметров отпечатков на контрольном бруске и на образце и твердости стального контрольного бруска определяется по таблицам, приведенным в ГОСТах 18661–73 и 28868–90.

Сравнительная твердость испытываемого стального образца HBC в зависимости от отношения диаметров отпечатков на контрольном бруске и на образце и твердости стального контрольного бруска определяется также по таблицам, приведенным в ГОСТ 18661–73.

1.7. Методы испытаний при ударных нагрузках

При эксплуатации деталей и изделий из них могут возникать ударные воздействия, приводящие к разрушению. Для определения характеристик поведения металлов в таких условиях проводят испытания с приложением ударных нагрузок.

Поведение металлов зависит от скорости деформации. Ударной нагрузкой считается нагрузка при скорости деформации свыше 10^{-2} $с^{-1}$. При скорости деформации 10^2 $с^{-1}$ происходит распространение упругопластической волны деформации. При скоростях деформации свыше 10^4 $с^{-1}$ образуется ударная волна.

Увеличение скорости деформации вызывает повышение напряжения течения металла, снижение вязкости и появление микроучастков хрупкого излома.

Появление хрупкого излома в металлах происходит и при снижении температуры (хладноломкость). Образование хрупкого излома в значительной степени обусловлено концентрацией напряжений вблизи надрезов и трещин.

Склонность металлов к хрупкому разрушению определяется не только внешними факторами (скорость деформации, температура и концентраторы напряжений), но зависит от структуры и свойств металла (наклепа, термической обработки, чистоты, текстуры и других факторов).

1.7.1. Испытание на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах

Метод устанавливает правила определения работы разрушения и ударной вязкости металлов при температурах от –100 до 1200 °С (в соответствии с ГОСТ 9454–78).

Суть методов: образец с концентратором напряжений разрушают при ударном изгибе. В результате испытаний определяют полную работу, затраченную на разрушение образца при ударе, и ударную вязкость или процентное соотношение хрупкой и вязкой составляющей поверхности излома.

Ударная вязкость – удельная работа разрушения образца при ударном изгибе, определяемая как отношение работы разрушения к начальной площади поперечного сечения образца. Измеряется в Дж/см^2 (кгс·м/см^2).

Испытания на ударный изгиб проводят на маятниковых копрах, которые должны соответствовать ГОСТ 10708–82.

Нагрев или охлаждение образцов осуществляют в термостатах. При охлаждении применяют смесь жидкого азота или твердой углекислоты с этиловым спиртом (с указанием соответствующих ГОСТов).

В большинстве случаев испытания проводят на образцах квадратного сечения с шириной от 2 до 10 мм с надрезом. Применяют три типа концентраторов напряжений: U-образный, V-образнsq и Т-образный. В последнем случае (Т-образный концентратор) в вершине V-образного надреза наводится усталостная трещина, образующаяся при плоском циклическом изгибе образца (рис. 31–33).

Образцы с U-образным концентратором применяют при обычных приемно-сдаточных испытаниях металла, с V-образным концентратором – при приемно-сдаточных испытаниях металлов, используемых для конструкций повышенной степени надежности, и Т-образные концентраторы – для приемносдаточных испытаний металлов, применяемых для особо ответственных конструкций, при эксплуатации которых могут возникать трещины, приводящие к катастрофическому разрушению.

Работа удара обозначается символом К, ударная вязкость – символом КС, вид концентратора – буквами U, V, T, расположенными после символа.

Для обозначения работы удара и ударной вязкости при повышенных и пониженных температурах вводится цифровой индекс, помещаемый после буквенных составляющих, указывающий температуру испытания. Например, KV^{-40} 50/2/2 – работа удара, определенная на образце с концентратором вида V при температуре –40 °С, максимальная энергия удара маятника 50 Дж, глубина концентратора 2 мм, ширина образца 2 мм; $КСТ^{+100}$ 150/3/7,5 – ударная вязкость, определенная на образце с концентратором вида Т при температуре 100 °С, максимальная энергия удара маятника 150 Дж, глубина концентратора 3 мм, ширина образца 7,5 мм.

Допускается обозначать ударную вязкость двумя индексами (a_i): первый (a) – символ ударной вязкости, второй (i) – символ типа образца в соответствии с таблицей, приведенной в ГОСТ 9454–78.

Методика испытаний на ударный изгиб, место вырезки заготовки для изготовления образцов, ориентация оси концентратора, технология вырезки заготовок и изготовления образцов приведены в ГОСТ 7565–74 (для черных металлов). Для цветных металлов и сплавов все это должно быть указано в нормативно-технической документации.

1.7.2. Испытание на ударный изгиб при температурах от –100 до –269 °С

Метод устанавливает правила определения работы разрушения и ударной вязкости металла в условиях ударного изгиба при температуре от –100 до –269 °С (в соответствии с ГОСТ 22848–77).

Суть метода: разрушают образец с концентратором напряжений при ударном изгибе. В результате испытаний определяют полную работу, затраченную на разрушение образца при ударе, ударную вязкость или процентное соотношение хрупкой и вязкой составляющей поверхности излома.

При испытании определяют следующие характеристики:

работу A, затрачиваемую на разрушение образца;

ударную вязкость a, равную отношению величины работы удара к площади поперечного сечения образца в месте удара;

процент вязкой составляющей в изломе образца, разрушенного при ударном изгибе.

Порядок отбора образцов, их размеры должны соответствовать требованиям ГОСТ 9454–60.

Для испытания на ударный изгиб при температуре до –253°С применяются маятниковые копры по ГОСТ 9454–78, а для испытаний при температурах до –269 °С – специальные копры, схема которых приведена на рис. 34.

В качестве хладагента применяется жидкий азот с содержанием кислорода не более 10% по ГОСТ 9293–74, жидкий водород и жидкий гелий (с указанием соответствующих ГОСТов).

Для исключения искрения при ударе с ножом маятника копра в отдельных случаях образцы покрывают слоем меди толщиной 9 – 12 мкм после нанесения надреза по ГОСТ 3002–70.

Методика проведения испытаний и обработка результатов проводится по ГОСТ 9454-78. В ГОСТ 22848–77 приведена методика определения усилия, приложенного к образцу, и прогиба образца с регистрацией диаграмм деформаций.

На рис. 35 дана схема системы измерения усилия, приложенного к образцу, и прогиба образца с регистрацией диаграмм деформации в координатах усилие – прогиб, усилие – время при испытаниях на маятниковых копрах.

Процент вязкой и хрупкой составляющих в изломах образцов определяется по методике, приведенной в ГОСТ 4543–71, или методикам фрактографических исследований, приведенных в гл. 9.

1.7.3. Испытания на ударный изгиб стальных труб и листового проката

Методы устанавливают правила испытания образцов из стальных труб и листового проката на ударный изгиб при комнатной и пониженных температурах (в соответствии с ГОСТ 30456–97).

Распространяются на трубы, в том числе сварные, диаметром 508 мм и более с толщиной стенки более 7,5 мм и листовой прокат такой же толщины.

Суть метода: метод основан на разрушении образца с концентратором одним ударом бойка свободно падающего груза вертикального копра (ВК) или маятникового копра при комнатной и пониженных температурах, указанных в нормативных документах на металлопродукцию. В результате испытания падающим грузом (ИПГ) определяют количество вязкой составляющей в изломе образца в процентах.

Отбор проб и изготовление образцов. Пробу (заготовку) для изготовления образцов от трубы следует вырезать поперек продольной оси трубы в соответствии с рис. 36. Описаны правила реза, количество необходимых для испытания образцов, качество поверхности образцов, способы правки проб от труб.

Толщина образцов от труб и листов должна соответствовать полной толщине металлопродукции. Шероховатость обработанных поверхностей должна быть не более 20 мкм по ГОСТ 2789–73.

Формы и размеры образцов для испытаний падающим грузом должны соответствовать приведенным на рис. 37. Концентратор на образце выполняют методами вдавливания и резания с соблюдением размеров, указанных на рис. 37.

Аппаратура и материалы: маятниковые и вертикальные копры со свободно падающим грузом с запасом энергии, достаточным для разрушения образца одним ударом, термостаты, снабженные регуляторами температуры (в соответствии с ГОСТ 9454–78 и 22848–77), хладагенты и сопутствующие материалы по соответствующим ГОСТам.

Принципиальная схема рекомендуемого приспособления для нанесения концентратора методом вдавливания и размеры рабочей части ножа приведены на рис. 38.

Подробно описаны порядок проведения испытаний, методики подсчета качества вязкой составляющей в изломе образцов различных толщин. Приведена схема определения процента вязкой составляющей в изломе образца (рис. 39).

Приведены формулы подсчета вязкой составляющей для разных видов изломов.

1.7.4. Определение склонности металлов к механическому старению по испытанию на ударный изгиб

Метод устанавливает склонность металлических материалов к механическому старению по испытанию на ударный изгиб при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 7262–82).

Распространяется на листовой и полосовой прокат номинальной толщиной не менее 5 мм, а также на фасонный и сортовой прокат.

Суть метода: определяют работу удара или ударную вязкость стали, подвергнутой холодной пластической деформации и последующему искусственному старению, и сравнивают эти величины с работой удара или ударной вязкостью стали в исходном состоянии с определением показателя склонности к механическому старению.

Отбор проб для испытаний проводится по ГОСТ 7564–73. Описаны правила вырезки заготовок из проб.

Тип образцов для испытаний на ударный изгиб указывается в нормативно-технической документации на металлопродукцию. Если такие указания отсутствуют, то в зависимости от толщины проката испытания проводят на образцах типов 1, 2 или 3 по ГОСТ 9454–78.

Количество образцов для испытаний на ударный изгиб после старения устанавливают в нормативно-технической документации на металлопродукцию (как правило, не менее трех).

Аппаратура: машины для деформации заготовок; нагревательное устройство необходимого класса точности, обеспечивающее равномерный нагрев образцов до установленной температуры старения и поддержание постоянства температуры в течение необходимого времени выдержки; маятниковый копер по ГОСТ 10708–76.

Подготовка образцов к испытаниям и их проведение. Образцы для испытаний на ударный изгиб из сталей, полученные из заготовки, предварительно деформированной растяжением (ориентировочно на 10%),

подвергают нагреву (искусственному старению) до 250 ± 10 °С с выдержкой 1 ч при этой температуре и последующему охлаждению на воздухе, если в нормативно-технической документации на металлопродукцию не имеется других указаний.

Испытание на ударный изгиб проводят по ГОСТ 9454–78.

Формы составления протоколов испытаний, а также формулы для вычисления работы удара или ударной вязкости и показателя склонности стали к механическому старению приведены в ГОСТ 25.506–85.

1.8. Методы испытаний при циклических нагрузках

В практике большинство разрушений деталей и элементов конструкций, в частности сварных, происходит под действием динамических нагрузок в режиме колебаний. Подобные разрушения наступают после определенного числа циклов нагружения, причем номинальные напряжения в металлах не превышают статического предела упругости. Это явление называется *усталостью*, а вызванное им разрушение – *усталостным*. При таком виде нагружения происходят процессы, приводящие к необратимым изменениям в металле, которые и вызывают полное разрушение.

Суть методов: образцы подвергают циклическому нагружению по различным схемам и доводят до разрушения или до заданного числа циклов нагружения.

ГОСТ 23207–78 устанавливает термины, определения и обозначения основных понятий, относящихся к методам испытаний и расчетов на усталость металлов и сплавов. Термины подразделяются на группы (см. приложение 1 к ГОСТу):

основные понятия;

внешние воздействия при усталости. Периодическое нагружение;

характеристики сопротивления усталости. Периодическое нагружение;

внешние воздействия при усталости. Случайное нагружение;

характеристики схематизации случайного нагружения;

внешние воздействия при испытании на усталость. Блочное нагружение;

характеристики сопротивления усталости. Случайное и блочное нагружение;

дополнительные термины, применяемые при проведении расчетов и испытаний на усталость.

Основные термины следующие:

усталость – процесс постепенного накопления повреждений металла под действием переменных напряжений, приводящих к изменению структуры, свойств, образованию трещин, их развитию и разрушению изделия;

сопротивление усталости (циклическая прочность, усталостная прочность) – способность металла противостоять усталостному разрушению,

характеризующаяся, как правило, пределом выносливости или долговечности при заданном напряжении циклического нагружения;

усталостная трещина – трещина, возникшая под действием переменных напряжений (циклических нагрузок);

скорость роста усталостной трещины – отношение приращения длины усталостной трещины к интервалу времени;

усталостное разрушение – разрушение металла вследствие распространения усталостной трещины;

усталостный излом – излом, возникающий при усталостном разрушении под действием знакопеременных или циклических нагрузок;

долом в усталостном изломе – часть усталостного излома, возникшая в завершающей части разрушения из-за превышения прочности металла в оставшемся сечении;

малоцикловая усталость – процесс постепенного накопления повреждения металла под действием высоких переменных напряжений при малом количестве циклов нагружения;

многоцикловая усталость – усталость металла, при которой усталостное повреждение или разрушение происходит в основном при упругом деформировании;

база испытаний – предварительно задаваемая наибольшая продолжительность испытаний на усталость (по числу циклов);

предел выносливости (предел усталости) – максимальное по абсолютному значению напряжение цикла, при котором еще не происходит усталостное разрушение до базы испытания (заданного числа циклов).

Испытания на усталость проводят при растяжении – сжатии, изгибе и кручении:

при симметричных и асимметричных циклах напряжений или деформаций;

при наличии или отсутствии концентраторов напряжений;

при комнатной, повышенной и пониженной температурах;

при наличии или отсутствии агрессивной среды;

в много- или малоцикловой упругой и упругопластической областях.

1.8.1. Испытания на усталость

Методы устанавливают правила испытания металлов на усталость при различных видах нагружения при комнатной, повышенных и пониженных температурах как на воздухе, так и в условиях агрессивных сред (в соответствии с ГОСТ 25.502–79 с учетом ИСО Р 373–).

Для испытаний на усталость применяются различные виды испытательных машин. По виду нагружения их разделяют на испытательные машины для циклического растяжения – сжатия, изгиба и кручения. Эти машины должны обеспечивать нагружение образцов по одной или нескольким схемам, приведенным на рис. 40–43.

Испытания на усталость проводят:

на гладких образцах круглого сечения (рис. 40);

на гладких образцах прямоугольного сечения (рис. 41, 42);

на образцах с U-образными надрезами (рис. 43).

Рабочая часть образцов должна иметь шероховатость в соответствии с ГОСТами 25347–82, 2789–73.

Методика испытаний приведена в ГОСТ 25502–79.

Испытания при повышенных и пониженных температурах проводят при тех же видах деформаций и на тех же образцах, что и при комнатной температуре. Температура образцов контролируется с помощью термопар. Нагружение образцов производят после установившегося теплового режима системы образец – печь при достижении образцом заданной температуры.

Испытания в условиях агрессивной среды проводят при тех же видах деформации и на тех же образцах, что и при ее отсутствии. При этом образец непрерывно находится в указанной среде.

1.8.2. Испытания на малоцикловую усталость

Малоцикловая усталость при термомеханическом нагружении – разрушение в результате циклического упругопластического деформирования, сопровождаемого изменением температуры.

Малоцикловая усталость – частный случай малоцикловой термомеханической усталости, при которой нагружение обусловлено стеснением тепловых деформаций при циклическом нагреве – охлаждении.

Методы устанавливают правила испытаний металлов на малоцикловую усталость при циклическом нагружении по схеме растяжение – сжатие при долговечности до $5 \cdot 10^4$ циклов в условиях повышенных температур (до 1100 °С) на воздухе (в соответствии с ГОСТ 25.505–85).

В качестве основных приняты методы испытания при независимом нагружении и нагревании (термомеханическая усталость), а также при нагружении стеснением тепловых деформаций (термоусталость).

Машины и аппаратура для испытаний при малоцикловом термомеханическом нагружении должны соответствовать ГОСТам 9651–73 и 7855–84. Температуру рабочей зоны образцов измеряют термопарами или пирометрами.

Испытания проводят на гладких образцах с рабочей частью круглого сечения:

трубчато-цилиндрических (рис 1.44, *а*); по ГОСТ 25505–85;

сплошных цилиндрических (рис. 1.44, *б*);

трубчатых корсетных (рис. 1.45, *а*);

сплошных корсетных (рис. 1.45, *б*).

Образцы изготавливают в соответствии с требованиями ГОСТ 25502–79.

Проведение испытаний на малоцикловую усталость при термомеханическом нагружении и обработка результатов производятся по ГОСТ 25505–85.

1.8.3. Испытание проволоки на знакопеременное скручивание

Метод устанавливает правила определения способности металла проволоки подвергаться пластической деформации при знакопеременном кручении (в соответствии с ГОСТ Р 50708–94 с учетом ИСО 9649–90).

Распространяется на проволоку диаметром от 0,3 до 10 мм.

Данное испытание проводят с целью выявления поверхностных и внутренних дефектов проволоки.

Суть метода: образец проволоки скручивают определенное количество раз на 360° вокруг своей оси в одном направлении и такое же количество раз на 360° в противоположном направлении.

Оборудование: установки и приспособления, обеспечивающие возможность изменения направления кручения.

В ГОСТе описаны порядок подготовки образцов для испытаний, их размеры, возможность правки проволоки, порядок и технология проведения испытаний, правила оценки результатов испытаний.

1.9. Метод испытания на кручение

Испытание на кручение используют для оценки металла валов или проволоки, а также для определения механических характеристик прочности и пластичности высокопрочных материалов.

Метод устанавливает правила статических испытаний на кручение при температуре 20 ± 15 °С для определения характеристик механических свойств и характера разрушения при кручении (в соответствии с ГОСТ 3565–80). Распространяется на черные и цветные металлы и сплавы, а также на изделия из них.

Не распространяется на испытания на кручение в условиях повышенной и пониженной температур, вакуума, химически активных сред и лучевого воздействия.

Суть метода: один конец образца закрепляют неподвижно в испытательной машине, к другому концу прикладывают пару сил в плоскости, перпендикулярной оси образца, и непрерывно измеряют угол поворота образца при возрастающих значениях крутящих моментов.

При кручении все поперечные сечения образца сдвигаются (поворачиваются вокруг общей оси по отношению к закрепленному сечению). Этот сдвиг увеличивается с увеличением расстояния от места закрепления, причем линии, параллельные оси образца, переходят в винтовые.

Термины, определения и обозначения, применяемые при описании данного метода, приведены в приложении 1 ГОСТа. Основные из них следующие:

модуль сдвига – отношение касательного напряжения к вызванной им условной деформации;

предел текучести при кручении – касательное напряжение, при котором образец получает остаточный сдвиг, равный 0,3%;

условный предел прочности при кручении – касательное напряжение, равное отношению наибольшего момента при кручении, предшествующего разрушению, к полярному моменту сопротивления сечения образца;

истинный предел прочности при кручении – наибольшее истинное касательное напряжение при разрушении образца,

максимальный остаточный сдвиг при кручении – максимальная угловая деформация в точке на поверхности образца в момент разрушения.

По результатам испытания образцов на кручение определяют следующие механические характеристики:

модуль сдвига G, МПа (кгс/мм^2);

предел пропорциональности $\sigma_{пц}$, МПа (кгс/мм^2);

предел текучести при кручении $\tau_{0,3}$, МПа (кгс/мм^2);

предел прочности (условный) при кручении $\tau_{пч}$, МПа (кгс/мм^2);

предел прочности (истинный) при кручении $\tau_к$, МПа (кгс/мм^2);

максимальный остаточный сдвиг при кручении γ_{max}, рад.;

характер разрушения при кручении (срез – разрушение от касательных напряжений или отрыв – разрушение от растягивающих напряжений).

Образцы для испытаний. Для испытаний на кручение в качестве основных применяются цилиндрические образцы с диаметром в рабочей части 10 мм и с расчетной длиной 50 и 100 мм с головками на концах для закрепления в захватах испытательной машины.

Допускается испытание образцов и изделий, пропорциональных стандартным, а также трубчатых образцов.

Форма и размеры головок образцов зависят от способа их крепления в захватах испытательной машины.

Описаны технология изготовления образцов, качество их поверхности и количество, необходимое для испытаний. Шероховатость поверхности рабочей части цилиндрических образцов R_a должна быть не более 0,63 мкм по ГОСТ 2789–73.

Оборудование. Для испытания на кручение может быть использована испытательная машина, которая обеспечивает:

свободное кручение образцов без каких-либо дополнительных нагрузок на образце в течение всего процесса испытания;

центрирование образца в захватах с несоосностью, регламентируемой ГОСТ 3565–80;

плавность статического нагружения (без толчков и ударов);

свободное перемещение одного из захватов вдоль оси образца;

вариации показаний силоизмерителя при повторных нагружениях и нагрузке, не превышающие допускаемую погрешность силоизмерения в соответствии с указанной в ГОСТ 3565–80;

сохранение постоянства показаний силоизмерителя в течение не менее 30 с;

измерение угла закручивания с погрешностью, не превышающей 1°.

Для испытания на кручение металлов при низких и высоких температурах используют специальные приспособления, позволяющие производить нагрев или охлаждение образцов. При нагреве образцов необходимо давать выдержку при температуре испытания, обеспечивающую стабильность их структуры.

Проведение испытаний и обработка результатов. По результатам испытаний вычисляют с погрешностью 1% следующие механические характеристики.

1. Модуль сдвига при кручении.

Суть метода: образец устанавливают и закрепляют в захватах испытательной машины. Нагружают его крутящим моментом, соответствующим начальному касательному напряжению, составляющему 10% от ожидаемого предела пропорциональности материала. Нагружение образца крутящим моментом осуществляют равными ступенями таким образом, чтобы напряжения в образце не превышали предела пропорциональности.

Далее приводятся порядок проведения испытаний и формулы для определения модуля сдвига.

2. Предел пропорциональности при кручении.

Суть метода: выполняют операции, установленные в п. 1. Догружают образец вначале большими, затем малыми ступенями, отмечая после каждой ступени нагружения угловую деформацию. Далее приводится порядок проведения испытаний и формулы, определяющие предел пропорциональности при кручении.

3. Предел текучести при кручении.

Суть метода: выполняют технологические операции установленные в пп. 1 и 2. Деформацию до предела пропорциональности считают упругой, за пределом пропорциональности – остаточной.

Вычисляют относительный сдвиг в процентах и предел текучести при кручении по приведенным в стандарте формулам.

4. Условный предел прочности при кручении.

Суть метода: образец, закрепленный в захватах испытательной машины, нагружают до разрушения, фиксируя разрушающую нагрузку. Условный предел прочности при кручении вычисляют по приведенным в стандарте формулам.

5. Истинный предел прочности при кручении.

Суть метода: образец, закрепленный в захватах испытательной машины, нагружают до появления пластических деформаций, затем ступенчато догружают образец до разрушения, фиксируя нагрузки и соответствующие им углы закручивания по описанной в стандарте методике.

Истинный предел прочности при кручении и максимальный остаточный сдвиг при кручении вычисляют по приведенным в стандарте формулам.

В приложениях к ГОСТ 3565–80 приведены конкретные примеры определения модуля сдвига, предела пропорциональности, предела текучести при кручении.

ГЛАВА 2. Методы контроля свойств сварных и паяных металлических соединений

2.1. Методы контроля механических свойств сварных соединений

2.1.1. Общие положения

Общие положения о проведении механических испытаний сварных соединений определяются ГОСТом 6996-66 с учетом сведений из ГОСТов 1497–84, 7268–82, 8817–82, 9454–78, 9651–84, 11701–84, 14019–2004.

ГОСТ 6996–66 устанавливает методы определения механических свойств при следующих видах испытаний:

испытания металла различных участков сварного соединения и наплавленного металла на статическое (кратковременное) растяжение;

испытание металла различных участков сварного соединения и наплавленного металла на ударный изгиб (на надрезанных образцах);

испытание металла различных участков сварного соединения на стойкость против механического старения;

измерение твердости металла различных участков сварного соединения и наплавленного металла;

испытание сварного соединения на статическое растяжение;

испытание сварного соединения на статический изгиб (загиб);

испытание сварного соединения на ударный разрыв;

другие методы испытаний.

ГОСТ 6996–66 оговаривает требования к отбору образцов, вырезанных непосредственно из контролируемой конструкции или от специальных сваренных контрольных соединений. Приведены условия проведения испытаний и оценка их результатов. Для указанных испытаний приведены виды образцов и определяемые при испытаниях характеристики.

Аппаратура, материалы и реактивы должны соответствовать ГОСТам:

для испытаний на статическое растяжение – 1497–84, 11150–84, 9651–84, 22706–77, 7855–84;

для испытаний на ударный изгиб – ГОСТ 9454–78;

для измерений твердости – ГОСТам 2999–75, 9013–59, 9012–59;

для выявления и определения величины зерна – ГОСТ 5639–65;

для определения содержания структурных составляющих – ГОСТ 8233–56.

Дополнительная аппаратура и приспособления должны соответствовать ГОСТам:

регулирующие и измерительные приборы – 7164–78, 9245–79, 9736–80;

штангенциркули – 166–80;

микрометры – 6507–78;

тензометры – 18957–73;

термопары – 6616–74, 3044–84 (при повышенных температурах), 9177–74 и 14894 (при пониженных температурах).

Погрешность регулирования температур не должна превышать 1%, скорость нагрева и охлаждения – 5%.

Погрешность измерения деформации растяжением (сжатием) при нагреве и охлаждении испытываемого образца не должна превышать 2%, прогиба – 0,01 мм, угла закручивания – 1°.

Порядок проведения испытаний и обработка результатов исследования указаны в ГОСТ 6996–66 в соответствии с ГОСТами:

определение временного сопротивления, относительного удлинения, относительного сужения – 1497–84, 11150–84, 9651–84;

определение предела длительной прочности – 10145–81;

определение ударной вязкости – 9454–78;

определение твердости – 2999–75, 9013–59;

определение величины зерна – 5639–65;

определение содержания структурных составляющих – 8233–56.

Испытания считаются недействительными в случаях, указанных в приведенных выше ГОСТах.

Другие требования к условиям проведения испытаний, определению размеров образцов, оборудованию для испытаний и подсчету результатов должны оговариваться соответствующими стандартами или другой технической документацией. Количество испытываемых образцов, математическая обработка результатов испытаний приведены в соответствующем ГОСТе или в технической документации.

Основные термины и определения, используемые для описания сварных соединений, приведены в приложении 1 к ГОСТ 6996–66.

2.1.2. Правила отбора проб, заготовок и образцов для механических и технологических испытаний сварных соединений

Для обеспечения достоверности результатов испытаний механических и технологических свойств сварных соединений необходимо соблюдать правила отбора проб, заготовок и образцов в соответствии с ГОСТ 6996–66 с учетом ГОСТов 1497–84, 7268–82, 8817–82, 9454–78, 9651–84, 11701–84, 14019–2004.

В правилах определены требования:

к отбору проб, заготовок и образцов (маркировка, количество проб и образцов, отбираемых для испытаний, условия, предохраняющие образцы от влияния нагрева и наклепа, припуски от линии реза до края готового образца);

к отбору и подготовке проб и заготовок, места отбора и ориентации образцов для механических испытаний (место отбора и размеры пробы и ее подготовка, размеры и ориентация образцов для испытаний);

к отбору и подготовке образцов для испытаний механических свойств (вырезка, механическая обработка).

Форма, размеры и допускаемые отклонения по размерам образцов должны соответствовать требованиям перечисленных выше ГОСТов.

Образцы испытывают в механически обработанном состоянии, в частично механически обработанном (тонкий прокат) и необработанном (литые образцы) состояниях. Если заготовки обладают анизотропией свойств, то следует различать в деформированных полуфабрикатах продольные (вдоль волокна), поперечные (поперек волокна) и высотные (по толщине заготовки) образцы.

Образцы для испытаний отбирают из проб, вырезанных непосредственно из контролируемой конструкции или от специально сваренных для проведения испытаний контрольных соединений.

Если форма сварного соединения исключает возможность изготовления образцов данного типа (детали сложной конфигурации, трубы и др.), то образцы могут быть отобраны от специально сваренных плоских контрольных соединений.

При выполнении контрольных сварных соединений характер подготовки под сварку, марка и толщина основного металла, марки сварочных материалов, положение шва в пространстве, начальная температура основного металла, режимы сварки и термической обработки должны полностью отвечать условиям изготовления контролируемого изделия или особому назначению испытания.

Сварку контрольных соединений, предназначенных для испытания сварочных материалов электродов, сварочных проволок, присадочных прутков, флюсов и др., если нет специальных требований, производят с остыванием между наложением отдельных слоев. Температура, до которой должен остывать металл, устанавливается ГОСТами или другой технической документацией.

Размеры пластин для изготовления контрольных соединений определяются требованиями, указанными ниже.

Для контрольных соединений, выполняемых дуговой, электрошлаковой и газовой сваркой из плоских элементов, ширина каждой свариваемой пластины (если нет иных указаний в стандарте или другой технической документации) должна быть не менее:

50 мм – при толщине металла до 4 мм;

70 мм – при толщине металла от 4 до 10 мм;

100 мм – при толщине металла от 10 до 20 мм;

150 мм – при толщине металла свыше 20 до 50 мм;

200 мм – при толщине металла свыше 50 до 100 мм;

250 мм – при толщине металла свыше 100 мм.

Ширина контрольного соединения, выполненного из круглого или фасонного проката, должна быть не менее двух диаметров или ширин элементов.

Размеры пластин для контрольных соединений, выполняемых способами сварки, не указанными выше, устанавливаются соответсвующими техническими условиями.

В случаях сварки пластин с применением приставных планок для вывода начала и конца шва можно отбирать образцы по всей длине контрольного соединения. Приставные планки изготавливают из того же материала, что и пластины. Длина приставных планок должна быть не менее размера используемых участков шва.

Длина свариваемых кромок пластин определяется размерами и количеством подлежащих изготовлению образцов с учетом повторных испытаний, припусков на ширину реза и последующую обработку и с добавлением длины неиспользуемых участков шва. Размеры неиспользуемых участков принимают равными:

при ручной дуговой сварке покрытыми электродами и газовой сварке – не менее 20 мм в начале и не менее 30 мм в конце шва;

при автоматической и полуавтоматической сварке с любым типом защиты, кроме флюса, при толщине металла до 10 мм – не менее 15 мм в начале и не менее 30 мм в конце шва, а при толщине металла более 10 мм – не менее 30 мм в начале и не менее 50 мм в конце шва;

при автоматической и полуавтоматической дуговой сварке под флюсом на токе до 1000 А, при электрошлаковой сварке и дуговой сварке с принудительным формированием – не менее 40 мм в начале и не менее 70 мм в конце шва;

при автоматической сварке под флюсом на токе более 1000 А – не менее 60 мм в начале шва. Длину неиспользуемого участка в конце шва для этого случая принимают равной длине кратера шва (участок, имеющий неполное сечение).

Размеры проб, вырезаемых из контролируемой конструкции, определяются количеством и размерами образцов.

При кислородной вырезке проб их размеры определяют с учетом припуска на последующую механическую обработку, обеспечивающую отсутствие металла, подвергавшегося термическому влиянию при резке в рабочей части образцов.

Вырезку заготовок для образцов из проб и контрольных соединений рекомендуется выполнять на металлорежущих станках. Допускается вырезать заготовки на ножницах, штампах, с помощью кислородной, плазменной, анодно-механической и других методов резки.

Припуск на величину заготовки, при котором обеспечивается отсутствие в рабочей части образца металла с измененными в результате резки свойствами, назначается в зависимости от метода резки.

Минимальное значение припуска должно быть:

при толщине металла до 10 мм в случае кислородной и плазменной резки 3 мм, механической, в том числе анодно-механической резки, 2 мм;

при толщине металла более 10 до 30 мм в случае кислородной резки 4 мм, плазменной – 5 мм, механической, в том числе и анодно-механической резки, 3 мм;

при толщине металла более 30 до 50 мм в случае кислородной резки 5 мм, плазменной – 7 мм, механической, в том числе и анодно-механической, 3 мм;

при толщине металла более 50 мм в случае кислородной резки 6 мм, плазменной – 10 мм, механической, в том числе и анодно-механической, 3 мм.

При вырезке заготовок из металла, в котором под воздействием резки не изменяются свойства в рабочей части образца, допускается уменьшение указанных выше припусков, но не более чем в 2 раза.

Величина припуска для способов резки, не перечисленных выше, должна быть указана в нормативно-технической документации на данный вид продукции или на метод отбора проб.

На пробах, контрольных соединениях и заготовках из листового проката и труб следует указывать направление прокатки основного металла по отношению к шву.

Правка контрольного соединения или пробы, отбираемой от контролируемой конструкции, не допускается. Разрешается править готовые образцы вне их рабочей части. При испытании сварных соединений из труб допустимость правки образцов оговаривается стандартами или другой технической документацией. Если таких указаний нет, то стрела прогиба f на длине 200 мм (рис. 46) не должна превышать 10% от толщины металла, но должна быть не более 4 мм.

Несовпадение плоскости листов h в стыковых соединениях (рис. 47) не должно превышать 15% от толщины листа и должно быть не более 4 мм.

Термическая обработка, если она оговорена нормативно-технической документацией, проводится до чистовой обработки образцов. Термической обработке могут подвергаться пробы, контрольные соединения или вырезанные из них заготовки для образцов. В случае нормализации или закалки термическая обработка заготовок для образцов не допускается.

Термическую обработку контрольных соединений или заготовок для образцов предпочтительно совмещать с термической обработкой контролируемого изделия. Порядок проведения термической обработки при изготовлении образцов из материалов с $\sigma_в$ более 1000 МПа (100 кгс/мм^2) оговаривается нормативно-технической документацией.

При изготовлении образцов необходимо принимать меры, исключающие возможность изменения свойств металла в результате нагрева или наклепа, возникающих при механической обработке.

В ГОСТ 30432–76 приведены методы отбора проб, заготовок и образцов для механических и технологических испытаний сварных и паяных труб: прямошовных; спирально-шовных; профильных; нарезных; свертных паяных.

2.1.3. Испытания сварных соединений при статических нагрузках

Испытания металла различных участков сварного соединения и наплавленного металла на статическое (кратковременное) растяжение

Метод устанавливает правила испытаний на статическое (кратковременное) растяжение сварных соединений из черных и цветных металлов в условиях комнатной, повышенных и пониженных температур (в соответствии с ГОСТ 6996–66 с учетом ГОСТ 1497–84 при комнатной температуре, ГОСТ 11150–84 при пониженных температурах, ГОСТ 9651–84 при повышенных температурах с учетом ИСО 4126–89).

Испытания на растяжение являются основным методом исследования и контроля металлических материалов и сварных соединений.

Суть метода: образец растягивают в испытательной машине в направлении оси образца до разрыва и регистрируют зависимость между растягивающей силой и изменением длины образца в виде диаграммы нагрузка – абсолютное удлинение.

Образцы для испытаний. Испытания металла различных участков сварного соединения и наплавленного металла на статическое (кратковременное) растяжение проводят на стандартных образцах типов I, II, III (рис. 48), размеры которых указаны в таблице ГОСТ 6996–66. Для испытаний, проводимых при комнатной и пониженных температурах применяют образцы всех типов, при повышенных температурах – типов IV и V (рис. 49).

Рабочее сечение образцов всех типов должно состоять из металла испытываемого участка. Все образцы должны располагаться вдоль продольной оси этого участка. Рекомендуемые схемы вырезки образцов при различных видах сварки для различной толщины свариваемых металлов приведены в ГОСТ 6996–66. Допускается применение пропорциональных коротких цилиндрических образцов другого диаметра или типа по ГОСТ 1497-84.

При испытании при повышенных температурах по требованию, оговоренному в соответствующем ГОСТе или другой технической документации, допускается применение пропорциональных длинных цилиндрических образцов № 2 и 3 по ГОСТ 9651–84.

При наличии соответствующих приспособлений допускается применение образцов типов I, II и III по ГОСТ 6996–66 для испытаний при повышенных температурах.

Рабочее сечение образцов всех типов должно полностью состоять из металла испытываемого участка. В головках образца допускается наличие металла других участков сварного соединения.

Разметку места вырезки образцов выполняют по макрошлифам, изготовленным на торцах заготовки. Все образцы располагают вдоль продольной оси испытываемого участка. Схема расположения образцов при испытании других участков металла шва или металла околошовной зоны устанавливается стандартами или другой технической документацией.

Дополнительно в соответствии с ГОСТ 1497–84 допускается кроме круглых образцов по ГОСТ 6996-66 применение пропорциональных плоских образцов с головками и без головок сечением от 3 х 20 мм до 25 х 30 мм и общей длиной образца от 200 до 380 мм.

Аппаратура: разрывные и универсальные испытательные машины, соответствующие ГОСТ 7855–84.

Определение механических свойств. Для различных задач могут определяться следующие механические свойства при растяжении:

предел упругости $\sigma_{0,05}$, МПа (кгс/мм^2);

модуль упругости E, МПа (кгс/мм^2);

физический предел текучести $\sigma_т$, МПа (кгс/мм^2);

условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа (кгс/мм^2);

временное сопротивление (предел прочности) $\sigma_в$, МПа (кгс/мм^2);

относительное удлинение δ, %;

относительное сужение ψ, %.

Для определения указанных характеристик механических свойств наиболее часто используются способы:

расчетный (с помощью тензометров);

графический (построение диаграмм растяжения в координатах нагрузка – удлинение).

Основные термины и определения приведены в «Методе испытаний на статическое растяжение металлов» (с.).

А. Определение прочности наиболее слабого участка стыкового и нахлесточного соединения

При испытании сварного соединения на статическое растяжение определяют временное сопротивление наиболее слабого участка стыкового или нахлесточного соединения или прочность металла шва в стыковом соединении. Подсчет временного сопротивления ведется по ГОСТ 1497–84. При испытании определяют место разрушения образца (по металлу шва, по металлу околошовной зоны, по основному металлу).

Испытания проводят, как правило, на образцах, толщина или диаметр которых равен толщине или диаметру основного металла. При испытании сварного соединения или листов разной толщины более толстый лист путем механической обработки должен быть доведен до толщины более тонкого листа.

Форма и размеры плоских образцов (типы XII, XIII, XIIIa) для испытания стыковых соединений указаны на рис. 50 и приведены в таблицах ГОСТ 6996–66. Допускается применение цилиндрических образцов типов I–V. Металл шва в этих образцах должен располагаться по середине их рабочей части. Разрешается применение образцов по ГОСТ 1497–84.

Форма и размеры цилиндрических образцов для испытания стыковых соединений стержней круглого или многогранного сечения (тип XIV) указанны на рис. 51 и приведены в таблицах ГОСТ 6996–66.

Утолщение шва должно быть снято механическим способом до уровня основного металла. Удаление основного металла с поверхности образца производят только с той стороны, с которой снимают утолщение шва или имеется уступ. Строгать утолщение следует поперек шва.

Испытания образцов типов XII, XIII, XIIIa и XIV разрешается проводить без снятия утолщения, если это оговорено в нормативно-технической документации. В этом случае в формулу расчета временного сопротивления вводят значение площади сечения образца вне шва.

При недостаточной мощности разрывной машины разрешается испытывать плоские образцы типа XV (рис. 52, *а*) или цилиндрические образцы типов XVI и XVII (рис. 52, *б, в*). Разрешается применение цилиндрических образцов с другими рабочими диаметрами и другим типом захватной части в соответствии с ГОСТ 1497–84.

Для контроля прочности сварных соединений труб применяют сегментные образцы, а также цилиндрические образцы в виде отрезков труб типов XVIII, XVIIIa, XIX (рис. 53). Образцы типов XII, XIII, XIIIa не выправляют. Форму их в поперечном сечении определяет естественная кривизна трубы.

Сегментные образцы вырезают при диаметре трубы более 20 мм. Цилиндрические образцы типов XVIII и XVIIIa вырезают при диаметре трубы до 100 мм. Образцы этого типа можно вырезать и при больших диаметрах труб.

В формулу расчета временного сопротивления для образцов этого типа вводится значение площади сечения трубы вне шва. В образцах типов XII, XIII и XIIIa выпуклость швов удаляют с двух сторон. В образцах типов XVIII и XIX выпуклость швов не удаляют, в образцах типа XVIIIa выпуклость шва удаляют только с наружной стороны.

При недостаточной мощности испытательной машины разрешается применять образцы типов I–V. Металл шва располагают посередине образца.

Сварные соединения, выполненные точечной сваркой и электрозаклепками, испытывают на срез путем растяжения образца (тип XX), приведенного на рис. 54, или на отрыв растяжением образца (тип XXI), приведенного на рис. 55. При испытании электрозаклепок ширина образца во всех случаях должна быть равна 50 мм.

Сварные соединения листов, выполненные шовной сваркой, испытывают на срез путем растяжения образцов (типы XXII и XXIII), приведенных на рис. 56. При толщине металла до 1,0 мм испытывают образцы типа XXIII. При толщине металла более 1,0 мм выбор типа образца не устанавливается.

Б. Определение прочности металла шва в стыковом соединении

При испытании прочности металла шва в стыковом соединении на образцах типов XIV и XV его временное сопротивление (предел прочности) определяют по приведенной в ГОСТ 6996–66 формуле.

Толщина образца типа XXIV должна равняться толщине основного металла. Диаметр захватной части образца типа XXV должен равняться толщине основного металла или диаметру свариваемых элементов.

Форма и размеры плоского образца приведены на рис. 57 и в таблице ГОСТ 6996–66, цилиндрического образца – на рис. 58 и в таблице ГОСТ 6996–66.

Поперечная ось образцов типов XXIV и XXV должна совпадать с осью шва. Для односторонних швов разметку поперечной оси образца производят по узкой части шва (при электродуговой сварке) или по грату (при контактной или газопрессовой сварке).

Для двусторонних швов разметку поперечной оси производят после шлифовки и травления боковых поверхностей образца по макрошлифу или посередине выпуклости шва, сваренного с противоположной стороны. Выпуклость шва для образцов типа XXIV должна быть удалена (см. выше, п. А).

Испытание на растяжение образцов, вырезанных поперек шва

Метод устанавливает размеры и процедуру испытания на растяжение образцов, вырезанных поперек шва из стыкового соединения, выполненного сваркой плавлением (в соответствии с ГОСТ 6996–66 с учетом ИСО 4126–89).

Распространяется на стыковые соединения из сплавов на основе железа, выполненные любым способом сварки плавлением.

Разрушение образца, вырезанного поперек сварного соединения, достигается приложением к нему растягивающего усилия. Образец нагружают постепенно и непрерывно в направлении, перпендикулярном к оси сварного шва, вплоть до разрушения. При проведении испытаний необходимо руководствоваться основными положениями ИСО 6892–84.

Поверхность образца должна подвергаться механической обработке для удаления выпуклости шва (с двух сторон) и неровностей шва и основного металла. Как правило, толщина образца должна равняться толщине основного металла вблизи шва. Допускается вместо одного образца, толщина которого равна толщине сварного соединения, вырезать несколько образцов, при этом суммарная толщина их должна быть больше толщины сварного соединения.

Форма и размеры образцов приведены на рис. 59 и в таблице ГОСТ 6996–66. Для образцов, вырезанных из труб, допускается правка захватной части.

После разрушения необходимо осмотреть поверхность образца в месте разрыва на наличие дефектов.

Испытание на растяжение сварных труб

Метод устанавливает правила статических испытаний на растяжение сварных металлических труб при комнатной температуре в соответствии с ГОСТ 10006–80.

***Суть метода*: образцы в виде отрезка трубы полого сечения или в виде полосы, вырезанной вдоль оси трубы (сегмент), растягивают в испытательной машине при статическом нагружении растяжением в направлении оси образцов до разрыва и регистрируют зависимость между растягивающей силой и изменением длины образца в виде диаграммы нагрузка – абсолютное удлинение. При этом определяют следующие характеристики:**

физический предел текучести $\sigma_т$, МПа (кгс/мм^2);

условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа (кгс/мм^2);

временное сопротивление (предел прочности) $\sigma_в$, МПа (кгс/мм^2);

истинное сопротивление разрыву $S_в$, МПа (кгс/мм^2);

относительное удлинение после разрушения δ, %;

относительное сужение после разрушения ψ, %.

Термины и определения, методики проведения испытаний, обработка результатов должны соответствовать ГОСТ 1497–84.

Испытания проводят на разрывных и испытательных машинах, соответствующих требованиям ГОСТ 7855-84.

Испытания проводят на продольных и поперечных образцах, размеры которых, мм, указаны ниже по ГОСТ 10006–80:

Наружный диаметр трубы.....	От 16 до 20	> 20	> 20
Толщина стенки.....	До 3,0	До 10	> 10,0 до 12,0 вкл.
Ширина рабочей части	8	10	12

Продольные образцы изготавливают в виде отрезка трубы полого сечения без ограничения наружного диаметра или в виде полосы для труб с толщиной стенки до 12 мм, вырезанной вдоль оси трубы (сегмент) с шириной рабочей части, указанной выше. Продольные образцы могут изготавливаться без головок и с головками (рис. 60).

Цилиндрические образцы типа III по ГОСТ 1497–84 могут изготавливаться из труб с толщиной стенки 5 мм и более. Продольные цилиндрические образцы и образцы в виде полос из сварных труб изготавливаются из проб (заготовок), вырезанных из основного металла на расстоянии от сварного шва, обеспечивающем отсутствие термического влияния сварки.

Продольные цилиндрические образцы и образцы в виде полос из сварных труб изготавливают из заготовок, вырезанных из места, расположенного под углом 90° по отношению к положению сварного шва.

Допускается проводить испытания труб со сплющенными концами.

При испытании образцов в виде отрезков труб полого сечения концы образцов, захватываемые зажимами машин, закрепляют цилиндрическими или коническими пробками (рис. 61).

Испытания на растяжение при повышенных температурах (от 20 до 1200 °С) проводятся в соответствии с ГОСТ 9651–84.

В качестве испытательных машин применяют разрывные и универсальные машины всех систем, соответствующие требованиям ГОСТов 10006–80, 7855–84, 9651–84, 11150–84, 22706–77.

Испытание сварного соединения на статический изгиб (загиб)

Метод испытания на изгиб устанавливает правила определения сварных соединений выдерживать заданную степень пластической деформации, характеризуемую углом изгиба, или оценки предельной пластичности металла в сварных конструкциях при изгибе, характеризуемой углом изгиба до образования первой трещины при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 6996–66 с учетом ГОСТ 14019–2003 и ИСО 7438–85).

Суть метода: образец с постоянной площадью поперечного сечения, вдоль или поперек оси которого располагается сварной шов, изгибают на нормируемый угол или до появления трещины.

Образцы для испытаний и их проведение. При испытании определяют способность сварного соединения принимать заданный по размеру и форме изгиб. Эта способность характеризуется углом загиба (рис. 62), при котором в растянутой зоне образца образуется первая трещина, развивающаяся в процессе испытания. Если длина трещин, возникающих в процессе испытания в растянутой зоне образца, не превышает 20% его ширины, но не более 5 мм, то они не являются браковочным признаком. Определяется также место образования трещины или разрушения (по металлу шва, металлу околошовной зоны или основному металлу).

В зависимости от требований нормативно-технической документации испытания проводят до достижения нормируемого угла изгиба или угла изгиба, при котором образуется первая являющаяся браковочным признаком трещина, до параллельности или соприкосновения сторон образца. Угол изгиба при испытания до образования первой трещины измеряют в ненапряженном состоянии с погрешностью до 2°. Образцы типов XXVI и XXVIII, толщина которых меньше толщины основного металла, допускается вырезать в различных участках поперечного сечения сварного соединения.

Выпуклость шва по обеим сторонам образца снимается механическим способом до уровня основного металла. Строгать утолщение на образцах типа XXVI следует вдоль, а на образцах типов XXVII и XXVIII – поперек шва.

Форма и размеры плоских образцов (указаны в таблицах) должны соответствовать приведенным на рис. 63. Ось расположенного поперек сварного шва образца после окончательной обработки должна находиться на его середине.

Испытания образцов типов XXVI и XXVII проводят, как указано на рис. 64. Расстояние между опорами *K* для образцов типа XXVII должно быть равно 2,5 *D,* а расстояние *K* для образцов типа XXVI показано на рис. 64.

Обязательным условием проведения испытаний является плавность возрастания нагрузки на образец (со скоростью не более 15 мм/мин) на испытательных машинах или прессах с использованием опорных роликов. Диаметр оправки обычно принимают равным двум толщинам основного металла.

Если заданный угол изгиба превышает 150°, то после изгиба по схеме, приведенной на рис. 65, изгиб можно продолжать между двумя параллельными нажимными плитами. Между концами образца устанавливают прокладку толщиной, равной диаметру оправки (см. рис. 65). После удаления прокладки испытания проводят до соприкосновения сторон.

Для стыковых односторонних швов обычно в растянутой зоне располагают поверхностный наиболее широкий или корневой участок шва.

При двусторонних стыковых швах в растянутой зоне располагают для образцов всех типов, кроме XXVIII, шов, выполненный вторым. Для образцов типа XXVIII в растянутую зону попадает все сечение шва. При сварке многослойных двусторонних стыковых швов с поперечным наложением проходов в растянутой зоне располагают сторону, где был выполнен последний проход.

Соединения с подварочным швом относятся к односторонним.

Испытания стыковых соединений труб на изгиб при поперечном (круговом) расположении шва проводят на образцах со снятым с наружной стороны утолщением.

При диаметре трубы ≤20 мм применяют образцы в виде отрезка трубы, при диаметре трубы свыше 20 до 45 мм – в виде отрезка трубы или плоские (сегментные) образцы, при диаметре трубы свыше 45 мм – плоские (сегментные) образцы типов XXVII и XXVIII.

Испытание труб диаметром 60 мм и менее с поперечным (круговым) и продольными швами можно проводить на образцах, приведенных на рис. 66. Утолщение шва с наружной стороны трубы снимается механическим путем до уровня основного металла.

На образцах, вырезанных из труб, выполненных стыковой контактной сваркой, грат должен быть снят с наружной и внутренней сторон трубы до уровня основного металла.

Результаты испытания образцов типов XXIX и XXX (рис. 66) определяются величиной *в* (рис. 67) при появлении на поверхности образца трещины. Если трещина не образуется, то испытание проводят до соприкосновения сторон.

Испытание проводят путем деформации образца под прессом сжимающей нагрузкой.

При испытании образцов с круговым швом последний располагается по оси приложения сжимающей нагрузки (рис. 68), а при испытании образцов с

продольным швом шов располагают в диаметральной плоскости, перпендикулярной действию сжимающей нагрузки (см. рис. 67).

Если в образце, предназначенном для испытания кругового шва, есть продольный шов, он должен располагаться вне растянутой зоны.

При испытании соединений стержней кругового или многогранного сечения рабочая длина образца должна быть ≥250 мм, а радиус закругления граней многогранника должен равняться 0,1 толщины образца, но не более 2 мм.

Испытания на изгиб корнем шва или его лицевой поверхностью наружу образцов, вырезанных поперек шва

Метод устанавливает правила испытания на изгиб корнем шва или его лицевой поверхностью наружу образцов, вырезанных поперек шва с целью определения пластичности сварного соединения и отсутствия дефектов на поверхности растянутой зоны образца (в соответствии с ГОСТ 6996–66 с учетом ИСО 5173–81). Распространяется на стыковые соединения из сплавов на основе железа, выполненные любым способом сварки плавлением и устанавливает два способа проведения испытаний на изгиб образцов, вырезанных поперек шва из стыковых соединений, выполненных сваркой плавлением. ГОСТ также регламентирует размеры образцов.

Суть метода: образец с постоянной площадью поперечного сечения корнем шва или его лицевой поверхностью наружу изгибают на нормируемый угол или до появления трещины.

Испытания на изгиб выполняют одним из двух способов: с использованием оправки или роликов.

Образцы для испытаний отбирают непосредственно от контролируемого изделия или от специально сваренного для проведения испытания контрольного соединения. Образец вырезают поперек сварного соединения так, чтобы после его механической обработки ось шва располагалась посередине длины образца (рис. 69).

Вырезка образцов должна выполняться любым способом, исключающим влияние реза на результаты испытания. Образец по всей длине должен иметь прямоугольное практически постоянное сечение. Форма поперечного сечения приведена на рис. 69. При односторонних швах различают образцы для испытаний на изгиб лицевой поверхностью наружу, когда в растянутой зоне находится лицевая наиболее широкая поверхность шва; корнем шва наружу, когда в растянутой зоне находится корень шва. При двустороннем шве лицевой считается сторона, сваренная первой. Сторона, сваренная второй, приравнивается к корню шва. Выпуклость шва с обеих сторон должна зачищаться заподлицо с основным металлом. Толщина образца должна, как правило, равняться толщине основного металла вблизи сварного соединения. При толщине металла более 30 мм допускается вместо одного образца, толщина которого равна толщине соединения, испытывать

несколько образцов при условии, что толщина каждого из них не менее 30 мм и что они охватывают всю толщину соединения (рис. 70). Кромки образца, попадающие при испытании в растянутую зону, должны быть закруглены механическим способом по радиусу, не превышающему 0,2 толщины образца, но не более 3 мм.

Испытание на изгиб с использованием оправки

Испытываемый образец помещают на две параллельно расположенные роликовые опоры. Образец медленно и непрерывно деформируют путем приложения в его средней части по оси шва перпендикулярно поверхности образца концентрированной нагрузки (трехточечный изгиб).

Нагрузка на образец передается с помощью оправки с закругленным концом диаметром D, который должен соответствовать требованиям нормативно-технической документации на контролируемое изделие. Расстояние между опорами должно быть не более, чем $L = D + 3a$ (рис. 71), где a – толщина образца.

Испытание на изгиб с использованием ролика

Один край образца жестко закрепляют в устройстве, имеющем два параллельных ролика. Испытание должно проводиться медленно и непрерывно сосредоточенной нагрузкой, прикладываемой на образец через вращающийся внешний ролик радиусом R. Изгиб осуществляется по дуге, центр которой совпадает с центром внутреннего ролика. Диаметр D внутреннего ролика должен соответствовать требованиям, оговоренным в нормативно-технической документации на контролируемое изделие.

В обоих способах испытание считается законченным, когда угол загиба α (рис. 72) достигает величины, установленной в нормативно-технической документации на контролируемое изделие.

Оценка результатов испытания должна проводиться в соответствии с требованиями нормативно-технической документации.

Испытания на боковой изгиб образцов, вырезанных поперек шва

Метод устанавливает правила испытаний на боковой изгиб образцов, вырезанных поперек сварного шва из стыковых соединений для оценки пластичности соединения и отсутствия в нем внутренних дефектов (в соответствии с ГОСТ 6996–66 с учетом ИСО 5177–81). Распространяется на стыковые соединения из сплавов на основе железа толщиной не менее 10 мм, выполненные любым способом сваркой плавлением.

Суть метода: образец с постоянной площадью поперечного сечения боковой поверхностью шва изгибают на нормируемый угол.

Пластическую деформация образцов осуществляют без изменения направления изгиба. Образцы вырезают из сварного соединения поперек

шва таким образом, что ширина образца совпадает с толщиной соединения. Испытания на изгиб выполняют одним из двух способов: с использованием оправки или роликов.

Образцы для испытаний вырезают непосредственно из контролируемого изделия или из специально сваренного для проведения испытаний контрольного соединения. Образцы вырезают поперек сварного соединения так, чтобы после механической обработки сечение шва располагалось посередине длины образца и являлось его шириной (рис.73).

В пределах рабочей длины образца на его поверхности не должно быть поперечных рисок и царапин. Выпуклость шва с обеих сторон должна быть зачищена механическим способом заподлицо с основным металлом.

Толщина образца *а* должна быть не менее 10 мм и соответствовать диаметру оправки или ролика, устанавливаемому нормативно-технической документацией. Ширина образца должна равняться толщине основного металла вблизи шва.

При исходной толщине соединения, превышающей 40 мм, допускается вместо одного образца, ширина которого равна полной толщине соединения, отбирать несколько образцов шириной 20 – 40 мм каждый при условии, что они охватывают всю толщину соединения.

Испытываемый образец помещают на две расположенные параллельно роликовые опоры. Он медленно и непрерывно деформируется за счет приложения в его средней части по оси шва сосредоточенной нагрузки. Нагрузка на образец передается с помощью оправки.

Испытание считается законченным, когда угол изгиба (см. рис. 71) достигает значения, установленного нормативно-технической документацией.

2.1.4. Испытания сварных соединений при ударных нагрузках

Испытания металла различных участков сварного соединения и наплавленного металла на ударный изгиб (на надрезанных образцах)

Метод устанавливает правила испытания на ударный изгиб металла шва, наплавленного металла, зоны сплавления и различных участков околошовной зоны. При этом определяют ударную вязкость или работу удара, процентное соотношение хрупкой и вязкой составляющих поверхности излома (в соответствии с ГОСТ 6996–66 с учетом ГОСТ 9454–78). Применяется при толщине основного металла 2 мм и более.

Суть метода: образец с концентратором напряжений разрушают при ударном изгибе.

Ударная вязкость – удельная работа разрушения образца при ударном изгибе, определяемая как отношение работы разрушения к начальной площади поперечного сечения образца. Измеряется в Дж/см^2 (кгс·м/см^2).

Испытания на ударный изгиб проводят на маятниковых копрах, которые должны соответствовать ГОСТ 10708–82.

Проведение испытаний. Испытания проводят в интервале температур от –100 до 1200 °С. Нагрев или охлаждение образцов осуществляют в термостатах.

Для испытания применяют образцы, форма, размеры и качество поверхности которых соответствуют указанным на рис. 74 (образцы с U-образным надрезом) или на рис. 75 (образцы с V-образным надрезом). Предпочтительнее использовать образцы с V-образным надрезом. В зависимости от цели испытания надрез располагают по металлу шва, по зоне сплавления и в различных участках металла околошовной зоны. Место расположения надреза оговаривается нормативно-технической документацией.

Выпуклость шва на всех образцах удаляют до уровня основного металла. При наличии в сварном соединении смещения кромок оно удаляется механическим путем.

Условное обозначение ударной вязкости или работы удара включает в себя: символ ударной вязкости (КС) или работы удара (К); вид надреза (концентратора: U, V), расположенными после символа; температуру испытания (температура плюс 20 °С не проставляется); максимальную энергию удара маятника (максимальная энергия в 300 Дж не проставляется); тип образца (тип образца VI и IX не проставляется); место расположения надреза (Ш – шов, ЗС – зона сплавления, ЗТВ – зона термического влияния, *t* – расстояние от границы сплавления до оси надреза). Значение *t* оговаривается в стандартах или другой технической документации. При расположении надреза поперек металла шва, зоны сплавления или зоны термического влияния в конце обозначения ставится буква П.

Примеры условных обозначений.

1. Ударная вязкость, определяемая на образце типа VII, при температуре +100 °С, при максимальной энергии удара маятника 150 Дж, с надрезом вида U, расположенным по зоне сплавления: $KCU^{+100}150VII ЗС$.

2. Ударная вязкость, определяемая на образце типа XI, при температуре –40 °С, при максимальной энергии удара маятника 50 Дж, с надрезом вида V, расположенным по зоне термического влияния на расстоянии 10 мм от границы сплавления до оси надреза: $KCV^{-40}50XI$ ЗТВ ± 10.

3. Ударная вязкость, определяемая на образце типа VI при температуре +20 °С, при максимальной энергии удара маятника 300 Дж, с надрезом вида V, расположенным по металлу шва: КСVШ.

4. Ударная вязкость на образце типа IX при температуре +20 °С, при максимальной энергии удара маятника 300 Дж, с надрезом вида U, расположенным поперек металла шва: КСUШП.

В большинстве случаев испытания проводят на образцах квадратного сечения шириной от 2 до 10 мм с надрезом. Применяют три типа концентраторов напряжений: U-образный, V-образный и Т-образный. В последнем случае (Т-образный концентратор) в вершине V-образного надреза наводится усталостная трещина, образующаяся при плоском циклическом изгибе образца.

Образцы с U-образным концентратором применяются для обычных приемно-сдаточных испытаний металла, с V-образным концентратором – для приемно-сдаточных испытаний металлов, используемых для конструкций повышенной степени надежности, и с Т-образным концентратором – для приемно-сдаточных испытаний металлов, применяемых для особо ответственных конструкций, при эксплуатации которых могут возникать трещины, приводящие к катастрофическому разрушению.

Для обозначения работы удара и ударной вязкости при повышенных и пониженных температурах вводится цифровой индекс, помещаемый после буквенных составляющих, указывающий температуру испытания.

Например: $KV^{-40}50/2/2$ – работа удара, определенная на образце с концентратором вида V при температуре –40 °С. Максимальная энергия удара маятника 50 Дж, глубина концентратора 2мм, ширина образца 2 мм.

$KCT^{+100}150/3/7,5$ – ударная вязкость, определенная на образце с концентратором вида Т при температуре +100 °С. Максимальная энергия удара маятника 150 Дж, глубина концентратора 3 мм, ширина образца 7,5 мм.

Допускается обозначать ударную вязкость двумя индексами (a_i): первый (a) – символ ударной вязкости, второй (i) – символ типа образца в соответствии с таблицей, приведенной в ГОСТ 9454–78.

Методика испытаний на ударный изгиб, место вырезки заготовки для изготовления образцов, ориентация оси концентратора, технология вырезки заготовок и изготовления образцов приведены в ГОСТах 6996–66 и 7565–74 (для черных металлов). Для цветных металлов и сплавов все это должно быть указано в нормативно-технической документации на продукцию.

Процент вязкой и хрупкой составляющих поверхности излома определяют по методике, приведенной в ГОСТ 4543–71.

Испытания сварного соединения листов на ударный разрыв

Метод устанавливает правила испытания на сопротивление ударному разрыву сварных стыковых соединений листов толщиной до 2 мм (в соответствии с ГОСТ 6996–66 с учетом ИСО 7438–85).

Суть метода: разрушают образец, поперек оси которого расположен сварной шов, при ударном разрыве.

Форма и размеры образца должны соответствовать приведены на рис. 76. При испытании материалов высокой прочности разрешается изменять конструкцию захватной части образца.

Испытания проводят на маятниковых копрах с приспособлениями для закрепления плоских образцов. Удельную ударную работу определяют по приведенной в ГОСТ 6996–66 формуле.

Кроме того, в соответствии с ГОСТ 14019–2003 и ИСО 7438–85 на изгиб испытывают свариваемый металл, ленты, полосовой, широкополосный, листовой, сортовой, фасонный и периодический прокат из металлов и сплавов и профили из него, а также поковки и отливки.

Испытания металла **различных** *участков сварного соединения на стойкость против механического старения*

Метод устанавливает правила определения стойкости металла различных участков сварного соединения против механического старения по испытанию на ударный изгиб (в соответствии с ГОСТ 6996–66).

Стойкость против механического старения характеризуется изменением ударной вязкости металла, подвергнутого старению, по сравнению с ударной вязкостью его в исходном состоянии. О стойкости металла против механического старения судят по выраженному в процентах отношению этих величин или по абсолютному (нормативному) значению ударной вязкости после старения.

Суть метода: определяют работу удара или ударную вязкость различных участков сварного соединения, подвергнутых искусственному старению после холодной пластической деформации, и сравнивают их с результатами аналогичных испытаний металла сварных соединений в исходном состоянии с определением показателя склонности к механическому старению.

Испытания проводят для металла шва и различных участков металла околошовной зоны.

Заготовки подвергают искусственному старению по методике: деформация растяжением из расчета получения (10 ± 0,5)% остаточного удлинения в пределах расчетной длины L, ограниченной кернами или рисками. Рекомендуется на поверхности образцов через каждые 10 мм наносить риски для проверки равномерности деформации по длине расчетной части.

После удлинения заготовку подвергают равномерному нагреву в течение 1 ч при температуре 250 °С с последующим охлаждением на воздухе. Из рабочей части заготовок (рис. 77, *а–г* отбирают образцы типов VI, VII, IX, X. Ось надреза должна совпадать с осью симметрии шва. Затем на маятниковых копрах, которые должны соответствовать ГОСТ 10708–82, проводят испытания образцов на ударный изгиб в соответствии с ГОСТ 9454–78.

Указанная методика старения применяется для сварных соединений из сталей. Методика старения для других металлов и сплавов, а также иная температура нагрева или величина деформации для соединений из стали оговариваются технической документацией.

Механическому старению подвергают заготовки, отбираемые от стыкового соединения в соответствии с рис. 79. Ось симметрии заготовки должна совпадать с продольной осью шва или с осью будущего надреза.

Длину захватной части заготовок устанавливают в зависимости от конструкции испытательной машины.

Вязкость разрушения определяют по ГОСТ 25.506–85.

Методика проведения испытаний и обработка результатов описаны в ГОСТ 7268–82.

Условные обозначения: КС – ударная вязкость при испытаниях на стойкость против механического старения; КСстШ – ударная вязкость сварных стальных образцов, где индексы «ст» обозначают сталь, «Ш» – шов.

В соответствии с ГОСТ 7268–82 показатель склонности сталей к механическому старению (С, %) вычисляется по приведенной в нем формуле.

2.1.5. Измерения твердости металла различных участков сварного соединения и наплавленного металла

Методы устанавливают правила измерения твердости различных участков сварного соединения и наплавленного металла (в соответствии с ГОСТ 6996–66 с учетом ГОСТов 2999–75, 9012–59, 9013–59).

Суть метода: в поверхность образца внедряют индентор, не претерпевающий при этом пластической деформации, и измеряют образовавшийся отпечаток.

Измерение твердости проводится в поперечном сечении сварного соединения в соответствии с рис. 78 и 79.

Твердость измеряют по Виккерсу (HV), Бринеллю (HB) и Роквеллу – шкалам А, В и С (HRA, HRB и HRC), отдавая предпочтение измерениям по Виккерсу, которые проводят в соответствии с ГОСТ 2999–75.

Нагрузка на индентор в зависимости от прочности металла участков сварного соединения и ширины зоны термического влияния должна составлять 98Н (HV10) или 49Н (HV50). При наличии в стандартах или другой технической документации соответствующих указаний проводится измерение твердости по Виккерсу. Нагрузка на индентор при таких измерениях может меняться от 0,04 до 4,9 Н.

Измерение твердости по Бринеллю проводят в соответствии с ГОСТ 9012–59, используя стальной шарик диаметром 2,5 или 5,0 мм.

Измерение твердости по Роквеллу проводят в соответствии с ГОСТ 9013–59 при сфероконическом алмазном инденторе (шкалы А и С) или шариковом стальном наконечнике диаметром 1,5875 мм (шкала В).

Твердость определяют для соединений, полученных сваркой плавлением или давлением из сталей различных марок и других металлических конструкционных материалов толщиной не менее 1,5 мм.

Твердость основного металла, различных участков зоны термического влияния и металла шва измеряют по одной или нескольким линиям. Если соединение выполнено из металлов различных марок, то твердость измеряют для каждого из них.

При измерениях, выполняемых в непосредственной близости от границы сплавления, рекомендуется проводить 2–3 замера в соответствии с рис. 78, *а* или дополнительные замеры, как на рис. 78, *б*. Допускается проведение замеров на участках сварного соединения, указанных на рис. 79.

Общие технические требования к твердомерам для измерения твердости металлов методами Бринелля, Роквелла, Супер-Роквелла и Виккерса приведены в ГОСТ 23777–79. Он полностью соответствует

рекомендациям ИСО/Р80–68, ИСО/Р81–67, ИСО/Р79–68. Общие требования к алмазным наконечникам для приборов по измерению микротвердости металлов и сплавов, методы и средства их поверки приведены в ГОСТ 8.044–80, общие требования к методам испытаний – в ГОСТ 8.398–80.

К испытываемым образцам и деталям предъявляются следующие требования:

при подготовке поверхности, на которую наносится отпечаток, механическая или иная обработка не должны вызывать нагрев или наклеп металла, приводящие к изменению его свойств;

испытываемая поверхность должна быть очищена от окалины и загрязнений;

образец или деталь должны иметь такую форму и толщину, чтобы отпечаток не вызывал на обратной стороне его следов деформации;

при измерении твердости должна быть обеспечена перпендикулярность приложения действующего усилия к испытуемой поверхности.

Измерение твердости по Виккерсу проводят на микрошлифах или образцах с полированной поверхностью, если очертания шва видны без травления. Шероховатость поверхности таких образцов должна быть от 0,40 до 0,63 мкм. Измерение твердости по Бринеллю или Роквеллу проводят на макрошлифах или на образцах с шлифованной поверхностью, если очертания шва видны без травления. Шероховатость поверхности таких образцов должна быть от 1,25 до 2,00 мкм. В образцах должна быть соблюдена параллельность рабочей и опорной поверхностей.

2.2. Методы механических испытаний паяных соединений

2.2.1. Испытания на растяжение и длительную прочность паяных соединений

Метод устанавливает правила испытаний на статическое растяжение и длительную прочность паяных соединений металлов и сплавов при нормальной, высоких и низких температурах – от –269 до 1200 °С (в соответствии с ГОСТ 28830–90 с учетом ИСО 5187–85).

Суть метода: образцы с паяным соединением растягивают при нормальных, высоких или низких температурах и определяют прочность паяного соединения.

В методе описаны основные требования к испытаниям при высоко- и низкотемпературной пайке, порядок обработки полученных результатов, требования при статических кратковременных и длительных испытаниях паяных изделий, изготавливаемых из паяемых металлов, припоев и флюсов для черных и цветных металлов и сплавов.

Характеристики паяных соединений, определяемые при высокотемпературной пайке:

временное сопротивление (предел прочности) при растяжении в условиях низкой, высокой и комнатной температур;

предел прочности на срез при низкой, высокой и комнатной температурах;

предел длительной прочности при повышенной температуре.

Низкими температурами считаются температуры от –269 до +15 °С, комнатной – температура 20 ± 5 °С; высокими – температуры от 20 ± 5 °С до 1200 ± 50 °С.

Для получения воспроизводимых и сравнимых результатов испытаний на растяжение и срез предусматриваются методики испытаний и образцы определенного типа.

Требования к заготовкам. Поверхность заготовок перед пайкой должна быть очищена от оксидов, смазок, краски и других загрязнений. Поверхность заготовок под пайку должна иметь параметры шероховатости R_a 1,6 – 3,2 мкм для меди и ее сплавов и R_a 1,6 – 6,3 мкм для стали.

Заготовки для образцов вырезают механическим способом. Допускается применение других способов резки. При этом должен быть предусмотрен припуск, обеспечивающий удаление зоны термического влияния или наклепа.

При пайке заготовок марка паяемого материала, подготовка поверхности, припой, среда или флюс, зазор между паяемыми заготовками, способ и режим пайки должны быть такими, как в разрабатываемом технологическом процессе.

Ширину нахлестки подбирают так, чтобы разрушение при испытаниях образцов проходило по паяному шву.

Ширину зазора при пайке обеспечивают с помощью соответствующих приспособлений и прокладок. Прокладки рекомендуется изготавливать из паяемого материала. Участок паяемого шва с прокладками должен быть удален в процессе изготовления образцов.

Выбор паяемого материала и зазора. При проведении испытаний предел прочности паяемого соединения должен быть ниже (или равным) пределу текучести паяемого материала. Материал образцов и зазор в паяемом соединении должны соответствовать реальным условиям эксплуатации.

Требования к образцам. Образцы для испытаний изготавливают из спаянных для этой цели заготовок. Образцы следует изготавливать способами, максимально приближенными к конкретным технологическим процессам изготовления паяных конструкций.

В случае проведения исследовательских испытаний способы изготовления паяных образцов должны быть согласованы с заказчиком.

Обработка образцов, их количество и требования к испытаниям должны соответствовать требованиям ГОСТ 28830–90.

Для определения стандартной прочности на срез используют телескопический образец с заданным зазором, а паяное соединение подвергают напряжению среза, если к образцу прикладывают растягивающее усилие. Образцы для испытаний приведены на рис. 80 и 81.

Для определения стандартных пределов прочности и длительной прочности используют торцевые соединения двух цилиндрических образцов с заранее заданным зазором в пределах допуска. Размеры образца для испытания на растяжение приведены на рис. 82.

Образцы, приведенные в ГОСТ 28830–90 и ИСО 5187–85, являются основными, однако они не охватывают всех видов паяных соединений и типов нагружений. В целях более полного определения свойств паяных соединений допускают применение дополнительных типов и размеров плоских и цилиндрических образцов, также указанных в ГОСТ 28830–90.

Форма и размеры головок, размеры переходных частей от головок образца к его рабочей части не являются обязательными и определяются способом крепления в захватах испытательной машины.

При испытании образцов толщиной менее 3 мм допускается применение усиливающих накладок в захватных частях образцов.

Образцы, подлежащие испытанию в термически обработанном состоянии, следует подвергать термической обработке после пайки до окончательной обработки образцов.

Испытания проводят на прессах или универсальных машинах, отвечающих требованиям ГОСТов 7855–74, 15533–80, 1497–84, с приспособлениями для нагрева и охлаждения испытываемых образцов.

Прочность паяного соединения, выраженная в МПа (кгс/мм^2), определяется путем деления усилия разрушения, выраженного в Н (ньютонах), на площадь поверхности паяного шва, выраженной в мм^2.

2.2.2. Испытания на статический изгиб паяных соединений

Метод устанавливает правила статических испытаний на изгиб паяных соединений из черных и цветных металлов (в соответствии с ГОСТ 24167–80).

Испытания проводят для определения способности паяного соединения выдерживать заданную пластическую деформацию, характеризуемую углом изгиба, или предельную пластическую деформацию, характеризуемую углом изгиба и величиной нагрузки в момент появления первой трещины в паяном шве.

Суть метода: изгибают образец с паяным соединением, расположенным поперек оси образца, до нормируемого угла или до появления трещины.

Образцы для испытаний: применяют прямоугольные образцы толщиной a = 3…5 мм, шириной h = 15+2,5a и длиной L = 2 (a+15)+100…150 мм (рис. 83).

Образцы следует изготавливать из паяных заготовок или вырезать из контролируемого соединения. Ширина заготовок должна обеспечивать вырезку не менее трех образцов для испытаний. При вырезке заготовок и изготовлении образцов необходимо соблюдать требования, изложенные в

разделе 2 ГОСТ 23047–80. Толщину паяного шва измеряют с погрешностью 0,01 мм.

Проведение испытаний. Испытания проводят на прессах или универсальных испытательных машинах, отвечающих требованиям ГОСТ 7855–74. Установки для испытаний должны обеспечивать запись в виде диаграммы в координатах усилие – деформация. Схема испытаний на изгиб паяных соединений приведена на рис. 84.

Испытаниям подвергают не менее трех образцов. Образец подвергают изгибу сосредоточенной нагрузкой. При установке на опоры продольная ось образца должна быть перпендикулярной оси изгиба. Испытания на изгиб следует проводить при плавном увеличении нагрузки.

При испытаниях до появления первой трещины скорость испытания не должна превышать 15 мм/мин. Испытания проводят с записью диаграммы при увеличении по оси деформации не менее 50. Момент появления трещины в паяном шве фиксируют по появлению первого скачка, изгиба или перелома на диаграмме записи или визуально. Если трещина не образуется, испытания проводят до нормируемого угла или до параллельности сторон (угол изгиба 180°). Испытания до параллельности сторон проводят согласно требованиям раздела 4 ГОСТ 14019–80.

Величину нагрузки при появлении первой трещины определяют по диаграмме записи или по шкале силоизмерителя испытательной машины.

Угол изгиба α измеряют без снятия нагрузки (рис. 85). Допускается измерение угла после снятия нагрузки при условии соответствия величины измеренного угла требованиям стандартов или технических условий на испытываемое соединение. Измерение угла изгиба проводят посредством инструментальных микроскопов, угломеров или транспортиров, обеспечивающих погрешность измерения не более 2°.

За угол изгиба паяного соединения принимают угол, полученный как среднее арифметическое результатов испытаний не менее трех образцов.

При определении предельной пластической деформации паяного соединения, характеризуемой нагрузкой и углом изгиба в момент появления первой трещины, рекомендуется рассчитывать предел прочности при изгибе ($\sigma_{изг}$) МПа (кгс/мм^2) по приведенной в ГОСТ 24167–80 формуле.

2.2.3. Испытания на ударный изгиб паяных соединений

Метод устанавливает правила испытаний на ударный изгиб паяных соединений из черных и цветных металлов и сплавов, которые подвергаются ударным нагрузкам для определения относительной работы разрушения (в соответствии с ГОСТ 23046–78).

Суть метода: разрушают образец с концентратором напряжений в виде паяного шва при ударном изгибе.

Испытания проводят для определения качества паяных соединений, пригодности способов, режимов и материалов, применяемых при пайке.

Для испытаний на ударный изгиб применяются образцы типов I, II, III (рис. 86, 87, 88), на ударный срез – типа IV (рис. 89).

Образцы для испытаний следует изготовлять из спаянных для этой цели заготовок или из контролируемого соединения. Рекомендуется брать длину заготовки, обеспечивающую вырезку не менее пяти образцов типов I–III.

Вырезку заготовок для образцов необходимо производить механическим способом. Допускается применять другие способы резки, при этом должен быть предусмотрен припуск, обеспечивающий удаление зоны термического влияния или наклепа.

При пайке заготовок марка паяемого материала, подготовка поверхности, припой, среда или флюс, зазор между паяемыми заготовками, способ и режим пайки должны быть такими, как в разрабатываемом технологическом процессе.

Величину зазора при пайке рекомендуется обеспечивать с помощью соответствующих приспособлений. Допускается обеспечивать зазор с помощью прокладок, которые рекомендуется изготовлять из паяемого материала. Участок паяного шва с прокладками должен быть удален в процессе изготовления образцов.

Правка и рихтовка паяных заготовок не допускается.

Надрез на паяных образцах должен быть выполнен в соответствии с требованиями ГОСТ 9454–78.

Образцы из паяных заготовок или контролируемого соединения должны изготовляться на металлорежущих станках или с помощью анодно-механичской резки. Заусенцы на гранях образцов должны быть удалены легкой запиловкой с радиусом закругления не более 1 мм.

При изготовлении образцов внахлестку следует обеспечивать с помощью инструмента величину галтели не более 0,3 мм.

Перед испытаниями следует измерить с точностью до 0,1 мм длину и ширину шва образцов, паяных внахлестку и встык, а также длину шва образцов, паяных вскос. Ширину шва образцов, паяных вскос, следует вычислять по результатам измерения линейных размеров образцов, округляя значения до 0,1 мм.

По полученным результатам вычисляют площадь паяного шва, округляя значения до 0,5 мм^2.

Аппаратура: маятниковые копры в соответствии с ГОСТ 10708–76.

Проведение испытаний. Для испытания паяных образцов типа IV на ударный срез нож маятника следует заменить ударным грузом, в котором крепят образец, а на станине копра установить специальные упоры. Запас энергии маятника с ударным грузом должен соответствовать шкале копра при любом значении угла подъема маятника. Место крепления паяного образца в ударном грузе должно быть определено с таким расчетом, чтобы ударный импульс был направлен по касательной к окружности, которую описывает центр удара маятника.

Расстояние от оси подвески маятника до центра удара (l) в миллиметрах рассчитывают по приведенной в ГОСТ 23046–78 формуле.

Испытания паяных образцов на ударный срез проводят на образцах типа IV при температурах от –100 до 20 °С в соответствии с техническими условиями на изделия и с требованиями ГОСТ 9454–78.

Обработка результатов. Величину относительной работы разрушения паяного образца (A) в Дж/мм^2 вычисляют по формуле: $A = A_0/S$, где A_0 – работа удара, затраченная на разрушение паяного образца, Дж; S – площадь паяного шва до испытаний, мм^2.

Проверку достоверности полученных результатов рекомендуется проводить в соответствии с Приложением 1 к ГОСТ 28830–90 и ИСО 5187–85.

2.2.4. Испытания на усталость паяных соединений

Метод устанавливает правила испытаний на усталость паяных образцов из металлов в много- и малоцикловой упругой и упругопластической областях при растяжении – сжатии, изгибе и кручении, при симметричных и асимметричных циклах напряжений или деформаций, изменяющихся по простому периферическому закону с постоянными параметрами (в соответствии с ГОСТ 26.446–85).

Испытания проводят для определения предела выносливости σ_{-1}, МПа (кгс/мм^2), выбора оптимального технологического процесса и контроля его стабильности при изготовлении паяных конструкций и сравнения усталостных характеристик паяных соединений из различных металлов.

Суть метода: к образцам, изготовленным с применением пайки, прикладывают циклические нагрузки и фиксируют число циклов до разрушения или определяют предел выносливости.

Образцы для испытаний. Испытания проводят на образцах трех типов:

тип I – цилиндрический образец с диаметром рабочей части от 4 до 10 мм с расположением паяного шва в поперечном направлении в центральной части образца (рис. 90);

тип II – плоский образец в виде нахлесточного паяного соединения (рис. 91);

тип III – цилиндрический образец с напаянной втулкой (рис. 92).

Кроме того на усталость испытываются различные виды тавровых паяных соединений в соответствии с ГОСТ 26.446–85.

В ГОСТ 26.446–85 даны термины, определения и обозначения (с учетом ГОСТов 23207–78 и 17325–79), используемые в этом методе.

Приведены условия и образцы для испытаний на усталость тавровых паяных соединений, схемы нагружения и формулы расчета номинальных напряжений для различных видов образцов.

Образцы, подлежащие испытаниям в термически обработанном состоянии, подвергают термической обработке во время или после пайки до вырезки образцов.

Требования к оборудованию и аппаратуре, порядок проведения испытаний на усталость и обработку результатов испытаний проводят по ГОСТ 25.502–79.

ГЛАВА 3.
МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, ИХ СВАРНЫХ И ПАЯНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Технологические методы испытаний используются для определения возможности применения металлов и сплавов или конструкций, в частности сварных, при данном способе их производства. При этом в отличие от методов механических испытаний определяются не отдельные значения свойств с высокой точностью измерений, а оценивается пригодность материала или конструкций для конкретных производственных задач, исходя из условий их изготовления и эксплуатации.

Ниже приводится краткое описание наиболее важных стандартизованных методов технологических испытаний.

3.1. Метод испытания на бортование металлических труб

Метод устанавливает правила испытания на бортование металлических труб при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 8693–80). Распространяется на бесшовные и сварные трубы с наружным диаметром до 160 мм включительно с толщиной стенки не более 9,0 мм при комнатной температуре. При этом толщина стенки не должна превышать 10% от наружного диаметра трубы.

Суть метода: плавная отбортовка на 90° к образующей (рис. 93) конца образца (отрезка трубы) до образования фланца заданного диаметра и/или получения величины отбортовки в процентах от внутреннего диаметра.

Перед отбортовкой образец может подвергаться раздаче конусной оправкой до образования наружного диаметра, обеспечивающего получение заданного или определяемого диаметра борта (рис. 94), и последующему отгибу края образца плоской поверхностью.

Отбор образцов. Для испытания отбирают образцы такой длины (при толщине стенки трубы *a*), при которой оставшийся после отбортовки цилиндрический участок образца был бы не менее 0,5 наружного диаметра трубы. Испытания образцов сварных труб допускается проводить после удаления внутреннего грата способами, исключающими изменение свойств материала образца.

Аппаратура. Оправка для отбортовки, которая должна иметь:

диаметр цилиндрического конца *d* меньше внутреннего диаметра трубы на величину не более 1,0 мм;

диаметр плоского выступа, расположенного перпендикулярно оси оправки или под углом к ней, равный или превышающий заданный диаметр борта;

радиус галтели *R*, равный двукратной толщине стенки трубы.

Порядок проведения испытаний описан в ГОСТ 8693–80.

Обработка результатов. Признаком того, что образец выдержал испытание, служит отсутствие на нем после отбортовки на заданную величину трещин или надрывов с металлическим блеском, определяемых визуально. Величину отбортовки в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 8693–80 формуле.

3.2. Метод испытания на раздачу металлических труб

Метод устанавливает правила испытаний на раздачу металлических труб при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 8694–75).

Распространяется на бесшовные и сварные трубы круглого сечения с толщиной стенки не более 9,0 мм и диаметром трубы не более 150 мм.

Суть метода: плавная раздача конца образца (отрезка трубы) оправкой с заданным углом конусности до получения раздачи на заданную величину в процентах от внутреннего диаметра и выявление трещин или надрывов с металлическим блеском, определяемых визуально.

Отбор образцов. Для испытаний труб на раздачу применяют образцы в виде патрубка, отрезанного от конца трубы, длина которого равна двум диаметрам трубы.

Допускается удаление внутреннего грата на образцах, отобранных от сварных труб, методом, не изменяющим свойства материала труб и сварного шва.

Аппаратура: оправки с углом конусности 30; 45; 60; 90; 120° (рис. 95).

Допускается применять оправки с цилиндрической частью (рис. 96), где D – начальный наружный диаметр образца, мм; $D_н$ – конечный наружный диаметр образца, мм; β – угол конусности оправки, град.

Испытания проводят плавной раздачей конца образца с заданным углом конусности до получения у торца образца заданного наружного диаметра.

Обработка результатов. Признаком того, что образец выдержал испытание, служит отсутствие на нем после раздачи на заданную величину трещин или надрывов с металлическим блеском, определяемых визуально. В ГОСТ 8694–75 приводится формула вычисления величины раздачи в процентах.

3.3. Метод испытания на сплющивание металлических труб

Метод устанавливает правила испытаний на сплющивание металлических труб при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 8695–75). Распространяется на бесшовные и сварные трубы с наружным диаметром не более 400 мм и с толщиной стенки не более 15% от наружного диаметра.

Суть метода: образец помещают между двумя гладкими жесткими и параллельными плоскостями и плавно сплющивают его, сближая сжимающие плоскости до заданного расстояния H (рис. 97, 98), где D –

начальный наружный диаметр круглой трубы, мм; $D_{вн}$ – внутренний диаметр трубы, мм; *а* – толщина стенки трубы, мм.

Сварной шов при испытаниях располагается под углом 90° к плоскости приложения нагрузки (рис. 99).

Отбор образцов. Для испытания труб на сплющивание применяют образцы в виде отрезка трубы длиной 20 – 50 мм. Испытание может проводиться непосредственно на трубе с предварительным ее надрезом перпендикулярно продольной оси на глубину не менее 0,8 наружного диаметра трубы (рис. 100).

Обработка результатов. Признаком того, что образец выдержал испытание, служит отсутствие после сближения сжимающих поверхностей до величины *Н* на внешней и внутренней поверхностях трещин или надрывов с металлическим блеском, определяемых визуально.

3.4. Метод испытания на осадку сортового проката и проволоки

Метод устанавливает правила испытания на осадку сортового проката и проволоки в холодном и горячем состояниях при статической или динамической нагрузках (в соответствии с ГОСТ 8817–82). Распространяется на прокат и проволоку из черных и цветных металлов.

Суть метода: осадка образца под действием сжимающего усилия вдоль его оси при нормальной или повышенной температуре для оценки способности металла выдерживать заданную относительную степень деформации, а также для выявления возможности возникновения поверхностных дефектов, могущих послужить очагами разрушения.

Отбор проб для испытания на осадку проводят в соответствии с ГОСТ 7564–73.

Для испытания в холодном состоянии основной параметр поперечного сечения образца (диаметр, сторона квадрата, толщина, диаметр вписанного круга) должен быть не более 30 мм, для испытания в горячем состоянии – не более 200 мм.

Высота образцов для испытания на осадку должна быть равна двум основным параметрам поперечного сечения для черных металлов и полутора основным параметрам – для цветных металлов. Образцы должны быть с необработанной поверхностью (механическая обработка поверхности допускается в случае ее оговоренности техническими условиями), торцы – параллельными, ось образца – перпендикулярна его торцевой поверхности.

Аппаратура. Универсальные испытательные машины в соответствии с ГОСТ 7855–84, прессы в соответствии с ГОСТ 8905–82, механические молоты или ручные молотки, нагревательные устройства различных конструкций, обеспечивающие равномерный нагрев образцов до заданной температуры.

Проведение испытаний. Испытания на осадку проводят до достижения образцом конечной высоты, определяемой по формуле, приведенной в ГОСТ 8817–82.

Для контроля качества выбирают величину относительной деформации 50, 60, 75% для черных металлов и 65% – для цветных металлов, если иная не оговорена нормативно-технической документацией на металлопродукцию.

Методики испытаний, проведения экспериментов и обработка результатов должны соответствовать требованиям ГОСТ 8817–82.

Признаком того, что образец выдержал испытание, служит отсутствие на нем после осадки трещин или надрывов с металлическим блеском, пределяемых визуально.

3.5. Метод испытания на расплющивание металлических прутков или готовых заклепок

Метод устанавливает правила испытания металлических прутков или готовых заклепок на расплющивание для определения способности металла к деформации и для выявления дефектов поверхности изделий при статической или динамической нагрузках (в соответствии с ГОСТ 8818–73).

Распространяется на прутки и готовые заклепки.

Суть метода: расплющивание образца вдоль его оси в холодном или горячем состоянии до образования головки заклепки или расплющивания головки заклепки. Деформирование образцов при испытании производят со статическим или динамическим приложением нагрузки.

Отбор и подготовка образцов. Место вырезки образцов, отбираемых для испытания, устанавливается стандартами на соответствующие изделия.

При испытаниях заклепок испытывают как образцы, отрезанные от стержня, так и непосредственно головку заклепки, которую либо отрезают, либо оставляют на стержне.

Вид и размеры образца для испытания заклепок устанавливаются стандартами на соответствующую продукцию.

Проведение испытаний. Деформирование образцов при испытании на расплющивание и образование головки производят со статическим или динамическим приложением нагрузки. Образцы осаживают (расплющивают) до образования головки диаметром 1,5 – 1,6 и высотой 0,4 – 0,5 диаметра прутка или стержня (рис. 101). Высота выступающей из оправки части образца, подвергаемой расплющиванию, должна быть равна 1,2 диаметра прутка или стержня (рис. 102 и 103).

При испытании заклепочных головок и головок, образованных осадкой прутка из стержня, расплющивание производят до получения головки заданных размеров, устанавливаемых отношением величины диаметра (D) расплющенной головки к диаметру (d) прутка или стержня заклепки (рис. 103) в соответствии с ГОСТ 8818–73. Величина отношения D/d устанавливается в технических условиях на соответствующее изделие. Рекомендуемые отношения D/d – 1,75; 2,0; 2,25; 2,50.

Осмотр образцов после испытания с целью выявления дефектов, могущих служить очагами разрушения, проводят визуально или с помощью лупы.

Методика испытаний, их проведение и обработка результатов должны соответствовать требованиям ГОСТ 8818–73.

3.6. Метод испытания на выдавливание металлических листов и лент по Эриксену

Метод Эриксена благодаря простоте испытания широко распространен для оценки способности металлов к глубокой вытяжке.

Листы и ленты, подвергаемые глубокой вытяжке, должны выдерживать большую пластическую деформацию без образования трещин.

Метод устанавливает правила испытаний на выдавливание листов и лент черных и цветных металлов толщиной от 0,1 до 2,0 мм, шириной от 13 мм и более при комнатной температуре (в соответствии с ГОСТ 10510–80).

Суть метода: сферический пуансон вдавливают в образец, зажатый между матрицей и прижимным кольцом, до начала образования на выдавливаемой лунке сквозной трещины и измеряют глубину лунки.

Отбора образцов. Размеры и форма образцов в зависимости от ширины ленты, их количество, правила нанесения лунок приведены в ГОСТ 10510–80).

Образцы для испытаний применяют в виде полос, квадратов или кругов шириной либо диаметром, равным ширине ленты, если она составляет от 13 до 90 мм, и в виде квадратов или кругов шириной либо диаметром 90 мм при ширине ленты или листа 90 мм и более.

Аппаратура. Прибор для испытаний должен обеспечивать измерение глубины вдавливания пуансона с погрешностью не более 0,1 мм. Геометрия пуансона, матриц и прижимных колец в зависимости от толщины испытываемого материала показана на рис. 104.

Размеры, предельные их отклонения, шероховатость, жесткость пуансона, матриц и прижимных колец, а также другие их технические характеристики должны соответствовать указанным в Приложении 1 к ГОСТ 10510–80.

Проведение испытаний. При подготовке к испытаниям осматривают качество образцов, измеряют их размеры, смазывают смазкой в соответствии с ГОСТ 3333–80.

При проведении испытаний размеры испытывающего инструмента выбирают в соответствии с таблицей, где приведены номер инструмента, диаметры пуансона, матрицы, прижимного кольца в зависимости от толщины образца и его ширины или диаметра. Вспомогательный инструмент, величина нагрузки в зависимости от материала, твердости и толщины испытуемого образца, рекомендуемые диаметры шариков для черных и цветных металлов, а также скорости выдавливания лунки приведены в таблицах ГОСТ 10510–80.

Признаком окончания испытания является появление на лунке сквозной трещины, видимой на просвет.

Обработка результатов, рекомендуемая форма их записи описаны в ГОСТ 10510–80.

3.7. Метод испытания сталей на прокаливаемость

Прокаливаемость – глубина проникновения закаленной зоны. При определении прокаливаемости методом торцевой закалки прокаливаемость характеризуется кривой, построенной в координатах твердость – расстояние от охлаждаемого торца.

Метод устанавливает правила определения прокаливаемости сталей путем торцевой закалки (по Джомени) (в соответствии с ГОСТ 5657–69).

Распространяется на углеродистые и легированные конструкционные, инструментальные и подшипниковые стали.

Не распространяется на стали, закаливающиеся на воздухе и стали с очень низкой прокаливаемостью.

Суть метода: нижний торец вертикально установленного цилиндрического образца, нагретого до температуры закалки, охлаждают водой в специальной установке при определенных условиях, при этом второй конец остается на воздухе. После закалки измеряют твердость по длине образца от охлажденного водой торца к незакаленному торцу и по полученным результатам строят диаграмму твердости (рис. 105).

Применение метода прокаливаемости предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на металлопродукцию.

Основные термины и их обозначения, используемые при определении прокаливаемости, приведены в приложении 3 к ГОСТ 5657–69. Там же описаны форма, размеры (рис. 106) и количество образцов, вырезаемых в соответствии с требованиями ГОСТ 7564–64, установка и технология проведения закалки (рис. 107), порядок измерения твердости по длине закаленного образца (в соответствии с ГОСТ 9013–59).

При нагреве торец образца, подлежащий охлаждению водой, должен быть предохранен от окисления и обезуглероживания. Если нагрев производят в печи без контролируемой атмосферы, образец помещают в стальной цилиндрический стакан с крышкой. Торцом, предназначенным для охлаждения водой, образец ставят на графитовую пластинку или на слой отработанного графита (рис. 108).

Приведены оценка результатов испытаний и формы представления и обозначения результатов.

3.8. Метод оценки влияния сварки плавлением на основной металл

Метод устанавливает правила оценки влияния сварки плавлением на основной металл в околошовной зоне, при которой тепловое воздействие на металл осуществляется без выполнения сварки (в сответствии с ГОСТ 23870–79).

Околошовная зона – участок зоны термического влияния, нагретый выше температуры начала интенсивного роста зерна.

Суть метода: тепловое воздействие на образцы из свариваемого металла, имитирующие нагрев и охлаждение по термическим циклам околошовной зоны, испытание этих образцов при заданном виде нагружения и определние их свойств и структуры.

Метод применяется для научно-исследовательских и экспериментальных целей.

Отбор образцов. Форма и размеры образцов должны соответствовать либо типам, приведенным в ГОСТ 23870–79, либо типам I, VIII, IX по ГОСТ 6996–66.

В результате испытаний на специальной установке (ГОСТ 23870–79) определяются зависимости временного сопротивления, относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва, предела длительной прочности, ударной вязкости, твердости, величины зерна и содержания структурных составляющих от скорости охлаждения металла, имитирующей скорость охлаждения его в околошовной зоне.

Аппаратура: установка для имитации теплового воздействия сварки, обеспечивающая регулируемые нагрев и охлаждение испытываемого образца по термическим циклам околошовной зоны.

Погрешность регулирования температуры не должна превышать 1%, скоростей нагрева и охлаждения – 5%.

Деформация растяжением (сжатием) при нагреве и охлаждении испытываемого образца не должна превышать 2%, прогиб – 0,01 мм, угол закручивания – 1°.

Остальная аппаратура , материалы и реактивы, порядок проведения испытаний и обработка результатов должны соответствовать :

для испытания на статическое растяжение – ГОСТам 1497–73, 11150–75, 9651–73, 6996–66;

для испытаний на ударный изгиб – ГОСТ 9454–78;

для измерения твердости – ГОСТам 2999–75, 9013–59;

для выявления и определения величины зерна – ГОСТ 5639-65;

для определения содержания структурных составляющих – ГОСТ 8233–56;

для испытания на длительную прочность – ГОСТ 10145–62.

Испытания считаются недействительными в случаях, указанных в приведенных выше ГОСТах.

3.9. Методы испытаний на сопротивляемость образованию холодных трещин при сварке плавлением

Методы устанавливают правила испытаний на сопротивляемость углеродистых и легированных сталей основного металла в зоне термического влияния и металла шва образованию холодных трещин при однопроходной

сварке, в том числе при сварке коренного валика многопроходных швов (в соответствии с ГОСТ 26388–84).

Суть методов: доводят металл зоны термического влияния или металл шва сварных образцов до образования холодных трещин под действием растягивающих напряжений от внешней постоянной нагрузки или под действием остаточных сварочных напряжений.

Методы испытаний, предусмотренные в указанном ГОСТе, применяют при проведении исследовательских испытаний по оценке свариваемости металлов или при разногласиях в оценке качества сварных соединений.

ГОСТ определяет типы образцов (приводятся чертежи образцов) для испытаний стыковых и угловых сварных соединений для стали толщиной от 1 до 20 мм.

В ГОСТе даны рекомендации по способам сварки для изготовления образцов, методики проведения испытаний, обработки результатов. Установлены показатели сопротивляемости свариваемого металла, зоны термического влияния и металла шва образованию холодных трещин.

3.10. Методы испытаний на сопротивляемость образованию горячих трещин при сварке плавлением

Методы устанавливают правила испытаний на сопротивляемость образованию горячих трещин металла шва и зоны сплавления сварных соединений конструкционных сталей и сплавов толщиной 1,5 мм и более при всех способах сварки плавлением и имитации сварного термического цикла (в соответствии с ГОСТ 26389–84).

Методы применяют при испытаниях на сопротивляемость металла шва образца и зоны его сплавления образованию трещин отдельных видов для выбора оптимального химического состава шва и режима сварки.

Суть методов: испытываемый металл шва и зоны сплавления деформируют приложением внешней нагрузки для определения сравнительно-количественных показателей: критического темпа растяжения, м/°С (%/°С) и критической скорости растяжения, м/с, при которых происходит образование горячих трещин.

В ГОСТ 26389–84 описаны технологические методы, предусматривающие изготовление различными способами сварки 12 типов образцов, типовых сварных узлов, конструкций и технологий сварки, которые обусловливают повышенные значения темпа высокотемпературных деформаций, приводящих к образованию горячих трещин.

В результате испытаний определяют:

критическую скорость сварки, м/с;

коэффициенты ширины образца, %;

периодичность трещин, м;

площади трещин, %;

длины трещин, %.

В методах указаны требования к аппаратуре для испытаний, порядок проведения испытаний, обработки результатов.

3.11. Метод оценки хладостойкости сварных конструкций по реакции на ожог сварочной дугой

Метод устанавливает правила оценки хладостойкости сварных стальных конструкций по реакции на ожог сварочной дугой (в сответствии с ГОСТ 23240–78).

Суть метода: на поверхности образца получают малопластичную линзу под действием дугового ожога и определяют степень ее влияния на склонность стали к переходу в хрупкое состояние при ударном приложении нагрузки.

Образцы для испытаний. Образцы с ожогом для испытаний изготавливают двух типов:

I – из стали толщиной 10 мм и более (рис. 109, *а*);

II – из стали толщиной от 6 до 10 мм (рис. 109, *б*).

Линза ожога располагается в середине образца. Количество образцов для испытаний и место вырезки заготовок и их ориентация по отношению к направлению проката должны принимался в соответствии с нормативно-технической документацией на металлопродукцию или сварную конструкцию.

Поверхность образца, предназначенная для нанесения ожога, должна быть шлифованной. На ней не допускается наличия следов коррозии и охлаждающих жидкостей после механической обработки.

Аппаратура. Схема установки для нанесения ожога на образец приведена на рис. 110.

Установка должна обеспечивать стабильность процесса нанесения ожога и достаточную воспроизводимость его, возможность регулирования времени существования возникшей сварочной дуги в момент нанесения ожога на образец.

Установка может быть выполнена в виде приставки к существующим источникам сварочного тока или в виде отдельного агрегата с встречным источником питания. Она должна иметь амперметр для контроля величины тока короткого замыкания и вольтметр для контроля напряжения холостого хода.

Проведение испытаний. Нанесение ожогов на образец производится электродом (без обмазки) диаметром 3 мм, изготовленным из сварочной проволоки марки Св-0,8А по ГОСТ 2246–70. Проволока должна быть обезжирена и не должна иметь следов коррозии.

При определении чувствительности сталей к ожогу электродом для конкретных условий сварки допускается наносить ожоги на образец электродами, изготовленными из сварочной проволоки других марок, которая применяется для сварки конкретных конструкций.

При смене электродов конец нового электрода затачивают на конус с углом в вершине 60 – 90° и перед нанесением ожогов на образцы его оплавляют путем нанесения 4 – 5 пробных ожогов.

Для нанесения ожогов на образец используется постоянный ток обратной полярности при токе короткого замыкания 250 А. Диаметр линзы ожога должен быть 4 + 0,2 мм.

Испытания образцов с ожогом проводят по ГОСТ 9454–78.

При испытании удар маятника наносится со стороны, противоположной линзе ожога. Испытания проводятся при температурах, указанных в нормативно-технической документации на металлопродукцию или сварные конструкции. Если таких указаний нет, то испытания проводятся при нормальной температуре и при температурах –20, –40, –70 °С.

Допускается проводить испытания только при одной температуре для определения соответствия ранее установленным нормам.

Обработка результатов. Работу после ожога ($A_{п.о}$), затраченную на разрушение образцов, и ударную вязкость образцов с ожогом ($a_{п.о}$) определяют по ГОСТ 9454–78.

Площадь поперечного сечения образца определяют в средней части без учета рельефа ожога до испытания.

За критерий оценки критической температуры хрупкости ($T_{кр}$) принимается такой, который указан в нормативно-технической документации на металлопродукцию или сварные конструкции.

При отсутствии такого критерия за критическую температуру хрупкости следует принимать ту, при которой ударная вязкость хотя бы одного образца была равна или меньше 30 МДж/м^2 (3 кгс·м/см^2) для образцов типа I и 40 МДж/м^2 (4 кгс·м/см^2) для образцов типа II.

3.12. Метод оценки влияния жидкого припоя на механические свойства паяемого материала.

Метод устанавливает правила статических испытаний на растяжение при температуре пайки для оценки влияния паяемого припоя на механические свойства паяемого материала (в соответствии с ГОСТ 20487–75).

Суть метода: образцы с предварительно нанесенным на их поверхность припоем растягивают при температуре пайки и определяют влияние жидкого припоя на прочностные и пластические характеристики металла. Измеряют следующие характеристики:

временное сопротивление разрыву, $\sigma_в^Т$, МПа (кгс/мм^2);

относительное удлинение после разрыва, $\delta^Т$, %;

показатель влияния припоя на прочностные свойства материала K_σ, % – отношение величины измеренного временного сопротивления материала в контакте с жидким припоем к величине временного сопротивления материала без припоя на поверхности;

показатель влияния припоя на пластические свойства материала K_δ, % – отношение величины измеренного относительного удлинения материала в контакте с жидким припоем к величине относительного удлинения материала без припоя на поверхности.

Даны следующие определения понятий и обозначений:

рабочая длина образца l, мм – часть образца с постоянной площадью поперечного сечения между участками для захватов;

начальная расчетная длина образца до разрыва l_0, мм – участок образца, на котором определяется удлинение;

конечная расчетная длина образца после разрыва $l_к$, мм;

начальная площадь поперечного сечения рабочей части образца F_0,мм

временное сопротивление разрыву $\sigma_в^т$, кгс/мм^2 – напряжение, соответствующее наибольшей нагрузке P_{max} при температуре пайки, предшествующей разрушению образца;

относительное удлинение после разрыва при температуре пайки $\delta^т$, % – относительное приращение расчетной длины образца ($l_к - l_0$) к его начальной длине.

Образцы для испытаний. Применяют плоские образцы с расчетной длиной $l_0 = 25$ см. Параметр шероховатости должен быть не ниже $R_a \leq 20$ мкм по ГОСТ 2789–73. Подготовка поверхности образца перед испытанием должна быть аналогичной технологическому процессу подготовки поверхности перед пайкой.

Аппаратура: разрывные или универсальные испытательные машины в соответствии с ГОСТ 7855–84.

Проведение испытаний. Порядок проведения испытаний подробно описан в ГОСТ 20487–75.

Припой следует размещать на расчетной длине образца и крепить любым способом, исключающим его смещение до момента расплавления. Количество припоя, наносимого на образец, должно быть 30 ± 5 мм^3.

Испытания проводят с использованием флюса или в среде, применяемой в соответствующем технологическом процессе пайки.

Показатели влияния припоя на прочностные и пластические свойства материала в процентах вычисляются по формулам, приведенным в ГОСТ 20487–75.

3.13. Методы определения заполнения зазора припоем

Методы устанавливают правила определения заполнения зазора припоем (в соответствии с ГОСТ 20485–75):

горизонтального зазора по коэффициенту заполнения и коэффициенту пористости;

вертикального – по высоте подъема.

А. Определение заполнения припоем горизонтального зазора

Припой укладывают вплотную у зазора равномерно вдоль меньшей стороны пластины размером 20 х 15 мм, нагревают образцы до температуры пайки и сохраняют ее при испытании. Образцы должны быть расположены горизонтально.

Для испытаний должны применяться изготовленные из паяемого материала две пластины размером 40 х 40 и 20 х 15 мм толщиной пластин от 1,0 до 2,0 мм.

Испытания проводят с флюсом или в среде, применяемой в соответствующем технологическом процессе пайки. Подготовка поверхности пластин и припоя должна соответствовать технологическому процессу подготовки поверхности перед пайкой. При испытании должен использоваться припой, дозированный по объему в количестве 150% от объема зазора.

Коэффициент заполнения зазора ($K_з$) и коэффициент пористости ($K_п$) в процентах вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 20485–75.

Б. Определение заполнения припоем вертикального зазора

Паяемые пластины с вертикальным расположением зазора между ними помещают в ванну, содержащую жидкий припой, нагретый до температуры пайки и сохраняющийся при этой температуре во время испытаний, и измеряют высоту подъема припоя в зазоре.

Для определения заполнения припоем вертикального зазора образцы подготавливаются, как в предыдущем случае.

При испытании припой объемом 2400 мм^3 размещают в ванне. Порядок установки образцов перед испытанием указан в ГОСТ 20485–75.

Установка для испытаний должна обеспечивать нагрев образца и припоя до температуры пайки и сохранение ее при испытании.

Величина высоты подъема припоя в зависимости от величины зазора должна измеряться на снимке, полученном после рентгеновского просвечивания образца.

3.14. Метод определения растекания припоя

Метод устанавливает правила определения растекания припоя на паяемом материале по площади растекания (в соответствии с ГОСТ 20486–75).

На пластину (образец), расположенную горизонтально, помещают навеску припоя. Припой нагревают до температуры пайки, сохраняя эту температуру при испытании, и измеряют площадь растекания припоя.

Для испытания применяются пластины размером 40х40 мм или диаметром 40 мм.

Подготовка поверхности пластин и припоя должна соответствовать технологическому процессу подготовки поверхности перед пайкой.

Для испытания должны использоваться навески припоя объемом 64 мм^3.

Установка для испытания должна обеспечивать нагрев образца до температуры пайки и сохранение ее при испытании.

Испытания проводятся с флюсом или в среде, применяемой в соответствии с технологией процесса пайки.

Площадь растекания измеряется соответствующими приборами, указанными в ГОСТ 20486–75.

3.15. Метод определения температуры распайки

Метод устанавливает правила определения температуры распайки при равномерном нагреве (в соответствии с ГОСТ 21547–76).

Спаянный образец, находящийся под постоянной статической нагрузкой, постепенно нагревают и фиксируют температуру распайки.

В ГОСТе приведены образцы различной формы. Образцы для определения температуры распайки следует паять в газовой среде, вакууме или с флюсом по режимам, применяемым в соответствующих технологических процессах.

Зазор при пайке должен соответствовать техническим условиям на изделия (но не более 0,15 мм).

Образец с закрепленной удлиненной штангой и площадкой с разновесами помещают в нагревательное устройство. Температура распайки соединения фиксируется визуально.

3.16. Методика определения совместимости металлических материалов с припоями

Методика основана на использовании испытаний на статическое растяжение. Разработана Научно-исследовательским институтом испытательных машин, приборов и средств измерения (НИКИМП, г. Москва).

По результатам испытаний на статическое растяжение сравнивают потерю прочности и пластичности испытываемых металлических матриалов под воздействием жидкого припоя в зависимости от температуры и длительности испытаний. Это позволяет судить о совместимости металлических материалов с припоями.

Испытания образцов проводят без припоя и в контакте с ним в интервале температур 20 °С – температура пайки конструкции. Припой на цилиндрический образец с диаметром рабочей части 5 мм и длиной 120 мм наносят любым способом. Наиболее эффективно послойное нанесение припоя гальваническим способом, который позволяет получать жидкую фазу, являющуюся составной частью припоя, под верхним слоем покрытия, представляющего собой при температуре испытания твердую оболочку, препятствующую растеканию припоя. Испытания образцов проводят в

рабочей камере либо в вакууме, либо в инертной атмосфере. Испытания могут проводиться как на кратковременную, так и на длительную прочность по ГОСТ 1497–84 и ГОСТ 10145–81 соответственно.

3.17. Методика определения снижения прочности металлических материалов с трещинами под действием припоя

Методика позволяет оценивать влияние мелких поверхностных трещин в паяемых металлических материалах, заполненных закристаллизовавшимся припоем, на прочностные характеристики при испытании на кратковременную прочность (НИКИМП, г. Москва).

Испытания проводят на плоских образцах с V-образным надрезом, который имитирует реальную поверхностную трещину. Размеры образца выбирают по ГОСТ 20487–75. На образец наносят послойно припой гальваническим способом, причем верхний слой припоя должен быть более тугоплавким, чтобы сохранять твердую оболочку, обеспечивающую равномерное растекание припоя на поверхности образца. Для зарождения трещины в месте надреза к образцу прикладывают растягивающую нагрузку и выдерживают определенное время при температуре пайки. Величину растягивающей нагрузки подбирают таким образом, чтобы можно было определить минимальную нагрузку, при которой происходит зарождение и развитие трещины в зависимости от времени выдержки в контакте с жидким припоем. После снятия нагрузки образец охлаждают до комнатной температуры и затем разрушают.

По площади в изломе, облуженной расплавом припоя, определяют размер трещины, возникшей от надреза, а по снижении разрушающей нагрузки в сравнении с разрушающей нагрузкой образца без припоя – влияние длины трещины на прочность паяемых металлических материалов.

Глава 4. Методы неразрушающего контроля

4.1. Общие положения

Методы неразрушающего контроля играют особо важную роль при оценке качества металлов, их сварных и паяных соединений.

Неразрушающий контроль – контроль, в основу которого положен физический процесс с момента взаимодействия физического поля или вещества с контролируемым объектом для получения первичной информации.

Эффективность методов неразрушающего контроля определяется рядом факторов, среди которых основными являются:

чувствительность – наименьшие размеры реального дефекта, выявляемого в металлических материалах, сварных и паяных соединениях;

эффективность – экономичность метода;

безопасность – степень неблагоприятного воздействия на оператора.

Неразрушающий контроль в зависимости от физических явлений, положенных в его основу, подразделяют на виды. Вид неразрушающего контроля – условная группировка методов неразрушающего контроля, объединенная общностью физических принципов, на которых они основаны.

Методы каждого вида неразрушающего контроля классифицируются по следующим признакам:

характеру взаимодействия физических полей или веществ с контролируемым объектом;

первичным информативным параметрам;

способам получения первичной информации.

Классификация видов неразрушающего контроля установлена в ГОСТ 18353–79, с использованием приведенных ниже ГОСТов.

Контроль оптический – основан на регистрации параметров оптического излучения, взаимодействующего с контролируемым объектом (ГОСТы 24521–80, 23479–79).

Контроль радиационный – основан на регистрации и анализе проникающего ионизирующего излучения после взаимодействия с контрольным объектом (ГОСТы 24034–80, 20426–82).

Контроль акустический – основан на регистрации параметров упругих волн, возбуждаемых и/или возникающих в контролируемом объекте (ГОСТы 23829–85, 20415–82).

Контроль тепловой – основан на регистрации изменений тепловых или температурных полей контролируемых объектов, вызванных дефектами (ГОСТы 25314–82, 23483–79).

Контроль электрический – основан на регистрации параметров электрического поля, взаимодействующего с контролируемым объектом или возникающего в контролируемом объекте в результате внешнего воздействия (ГОСТ 25315–82).

Контроль капиллярный (проникающими веществами) – основан на проникновении веществ в полости дефектов контролируемого объекта (ГОСТы 24522–80, 26182–84).

Контроль магнитный – основан на анализе взаимодействия магнитного поля с контролируемым объектом (ГОСТы 21104–75, 21105–87, 24450–80).

Контроль вихретоковый – основан на анализе взаимодействия электромагнитного поля вихретокового преобразователя с электромагнитным полем вихревых токов, наводимых в контролируемом объекте (ГОСТ 24289–80).

Контроль течеисканием – основан на проникновении веществ через сквозные несплошности в контролируемом объеме (ГОСТы 3285–77, 184422–80, 24054–80, 28517–90, Р 57780–2001).

В табл. 1 подробно описаны методы неразрушающего контроля в соответствии с ГОСТами, приведенными в классификации этих видов контроля.

Характерные дефекты металлических материалов, сварных и паяных соединений, выявляемые неразрушающими методами контроля, следующие:

поверхностные дефекты: поверхностное окисление, поверхностные трещины и поры, подрезы и выходящие на поверхность непропаи, неспаи, общая и локальная эрозия;

внутренние дефекты: непропай, неспай, внутренние трещины, поры, усадочные раковины, шлаковые, флюсовые, металлические и неметаллические включения, дефекты структуры, рыхлоты, непровары;

сквозные дефекты: непропай, неспай, общая и локальная эрозия, сочетание внутренних и наружных дефектов, приводящие к течи, трещины.

Методы неразрушающего контроля, используемые для оценки качества металлов и сварных соединений, приведены в ГОСТ 3242–79 (с учетом ГОСТ 19521–74 и ИСО 2437–72).

Методы неразрушающего контроля, используемые для оценки качества паяных соединений, приведены в ГОСТ 24715–81.

В ГОСТ 25997–83 установлены правила статистической оценки стабильности статистически управляемых технологических процессов сварки соединений из металлов и сплавов для изделий серийного или массового производства по результатам неразрушающего контроля.

В табл. 1 представлены более подробные сведения о технических возможностях стандартизованных методов неразрушающего контроля, их особенности и чувствительность, а также области применения для металлических материалов, их сварных и паяных соединений.

Нестандартизованные методы контроля, указанные в табл.3, должны применяться в соответствии с техническими условиями и инструкциями на данный вид продукции.

Термины и определения, применяемые для описания особенностей неразрушающего контроля металлических материалов, их сварных и паяных соединений, приводятся в соответствии с ГОСТами 15467–79, 15895–77, 16504–81, 2601–84.

4.2. Методы оптического контроля

4.2.1. Требования к методам оптического контроля

Методы оптического контроля устанавливают область применения контроля непрозрачных и прозрачных сред. В методах указаны требования к аппаратуре, контрольным образцам, описаны порядок проведения контроля и оформления результатов, требования техники безопасности (в соответствии с ГОСТ 23479–79).

Методы выявляют поверхностные несплошности, отклонения размеров и форм от заданных более чем на 0,1 мм.

Суть методов: электромагнитное излучение регистрируют в диапазоне длин волн 760–380 нм (видимый свет).

Для контроля металлических изделий применяются следующие методы:

визуальный – для выявления поверхностных дефектов, для контроля формы изделий;

визуально-оптический – дефектоскопия с помощью микроскопов, эндоскопов;

интерферометрический – для анализа шероховатости поверхности изделий;

дифракционный – для контроля величины элементов структуры;

рефлексометрический – для контроля шероховатости поверхности изделий;

нефелометрический – для определения размера гранул.

Изложены требования к аппаратуре и контрольным образцам, порядок подготовки и проведения контроля, оформления результатов и требования к технике безопасности.

В ГОСТ 23479–79 приведены термины и определения, применяемые при описании данных методов контроля.

4.2.2. Измерение отклонений формы металлопродукции от заданной

Методы устанавливают правила измерения отклонений формы от заданной различных видов металлопродукции (в соответствии с ГОСТ 26877–91). Применяются для блюмов, слябов, листов, лент, полос, прутков, труб, профилей горячекатаных и гнутых, катанки и проволоки.

Не применяются для металлопродукции, изготовляемой ковкой, штамповкой, методами порошковой металлургии.

Измеряют выпуклость, вогнутость, овальность, косину реза, скручивание, серповидность, отклонения от плоскостности и другие формы.

Инструменты и измерительные приборы должны обеспечивать точность измерений, установленную в нормативно-технической документации на конкретный вид металлопродукции.

В ГОСТ 26877–91 приведены методики измерения каждого вида отклонения, а также термины и определения, характеризующие виды отклонений формы металлопродукции.

В таблице, приведенной в ГОСТ 26877–91, даны схемы и описания отклонений от формы. Указаны порядок подготовки к контролю и правила проведения контроля.

4.3. Методы радиационного контроля

Методы радиационного неразрушающего контроля характеризуются высокой информативностью – прежде всего высокой чувствительностью и возможностью контролирования широкого диапазона толщин металла, сварных деталей и конструкций сложной геометрии. Они основаны на просвечивании контролируемых объектов рентгеновским и гамма-излучением и другими видами проникающих ионизирующих излучений.

Методы радиационного контроля позволяют выявлять внутренние дефекты: трещины, поры, металлические и неметаллические (шлаковые) включения, непровары и другие дефекты и служат для обнаружения и анализа внутренних неоднородностей в металле. Но при этом выявляемые дефекты должны иметь поглощающую способность радиационного излучения, отличную от поглощающей способности свариваемого металла. В этом случае регистрируются площадь дефекта в плоскости, перпендикулярной направлению просвечивания.

Радиационные методы дефектоскопии характеризуются высокой информативностью, так как позволяют получать наглядную картину распределения толщин и плотностей металлических изделий.

4.3.1. Радиационная дефектоскопия

Области применения радиационных (радиографического, электрорадиографического, радиоскопического и радиометрического) методов дефектоскопии металлических объектов с использованием излучения закрытых радиоактивных источников на основе изотопов ^{60}Co, ^{137}Cs, ^{192}Ir, ^{75}Se, ^{170}Tm и тормозного излучения бетатронов установлены в ГОСТ 20426–81.

Определения и термины радиационных методов контроля, используемые для обнаружения и анализа внутренних неоднородностей в различных материалах, даны в ГОСТ 24034–80. Классификация методов радиационного контроля изложена в ГОСТ 18353–79.

Радиационный контроль основан на различном поглощении рентгеновского излучения участками металла с дефектами и без них.

Радиационные методы дефектоскопии применяют для обнаружения дефектов внутри металлических изделий, таких как нарушение сплошности и однородности металла, внутренней конфигурации и взаимного расположения дефектов, недоступных для визуального контроля.

Выбор метода и средств контроля проводят в соответствии с требованиями ГОСТов, технических условий и рабочих чертежей. Виды дефектов, выявляемые радиационными методами, приведены ниже.

Объект контроля	Вид дефекта
Слитки и отливки	Трещины, раковины, поры, рыхлоты, металлические и неметаллические включения, неслитины, ликваты
Сварные соединения, выполненные сваркой плавлением	Трещины, непровары, поры, раковины, металлические и неметаллические включения, утяжины, превышения проплава, подрезы, прожоги, смещения кромок
Сварные соединения, выполненные точечной или роликовой сваркой	Трещины, поры, металлические и неметаллические включения, выплески, непровары

Чувствительность радиационных методов контроля определяется ГОСТами 3242–79, 7512–82, 23055–78.

Рекомендуемые толщины просвечиваемых металлических материалов и изделий при использовании различных средств радиационного контроля приведены в табл. 2.

Таблица 2

Рекомендуемые толщины, мм, металлических материалов для радиационного контроля различными средствами

Металлические материалы	Рентгеновские аппараты	Закрытые радиоактивные источники	Бетатроны
Сталь	До 40	До 200	До 450
Сплавы:			
титановые	» 90	» 300	» 880
алюминиевые	» 180	» 500	» 1800
магниевые	» 270	» 700	–
свинцовые	–	–	» 180

При радиографическом методе контроля полученное изображение фиксируется:

на радиографической пленке без усиливающих экранов;

на радиографической пленке с различными комбинациями усиливающих металлических или флюоресцирующих экранов;

на фотобумаге.

При электрорадиографическом методе контроля изображение фиксируется на электрорадиографических пластинах, затем оно переносится на бумагу или другой носитель с помощью проявляющего порошка, создающего изображение на электрорадиографической пластине.

При радиоскопическом методе контроля изображение фиксируется на:

флюороскопическом экране;

рентгеновском электронно-оптическом преобразователе (РЭОП).

Толщины просвечиваемых разными методами материалов приведены в табл. 3.

Таблица 3

Рекомендуемые толщины, мм, металлических материалов
Для различных методов радиационного контроля

Металлические материалы	Электрорадиографический метод (ГОСТ 28277–89)	Радиоскопический метод	Радиометрический метод
Сталь	До 25	До 60	До 150
Сплавы:			
титановые	» 52	» 40	» 300
алюминиевые	» 113	» 50	» 500
магниевые	» 165	» 70	–

При радиометрическом методе контроля используются следующие преобразователи излучения: газоразрядный счетчик; ионизационная камера; полупроводниковый детектор; счетчик Черенкова.

Успешно развивающимся методом радиационного контроля является *рентгенотелевизионный* (в соответствии с ГОСТ 27947–88).

В этом ГОСТе даются общие требования к методу для неразрушающего контроля металлов и изделий из них.

Рентгенотелевизионный метод – метод рентгеновской интроскопии с применением рентгенотелевизионного интроскопа, в котором системой рентгенооптического преобразователя служит рентгенотелевизионная установка.

Рентгеновский интроскоп, рентгенотелевизионная установка, абсолютная и относительная чувствительность измерений должны соответствовать ГОСТ 24034–80.

Рентгенотелевизионный метод применяют для выявления трещин, усадочных раковин, непроваров в сварных соединениях, металлических и неметаллических включений, рыхлот и других неоднородностей в строении объекта контроля. Кроме того выявляют недоступные для внешнего осмотра дефекты типа надрезов, превышений проплавов, прожогов, утяжин.

Контроль применяют в динамическом и статическом режимах (при движении объектов контроля или при их неподвижном состоянии).

Чувствительность контроля определяют по эталонам чувствительности (в соответствии с ГОСТ 7512–82) или по стандартным образцам, имитирующим нарушения сплошности объектов контроля. ГОСТ определяет также порядок подготовки и проведения рентгенотелевизионного контроля.

4.3.2. Радиографический контроль сварных соединений

Метод определяет правила и порядок проведения радиографического контроля сварных соединений из металлов и сплавов, выполненных сваркой плавлением, с толщиной свариваемых элементов от 1 до 400 мм с применением рентгеновского, гамма- и тормозного излучений и радиографической пленки (в соответствии с ГОСТ 7512–82).

Радиографический контроль (ГОСТ 20426–81) используют для выявления в металлических изделиях, в том числе в сварных соединениях, трещин, непроваров, пор , шлаковых, вольфрамовых, оксидных и других включений. Этот контроль применяют также для выявления прожогов, подрезов, оценки величины выпуклости и вогнутости корня шва, недоступных для внешнего осмотра. В этом ГОСТе оговариваются требования к усиливающим экранам, к эталонам чувствительности, к расшифровке снимков, приводятся рекомендуемые схемы контроля.

Радиографическому контролю подвергают сварные соединения с отношением радиационной толщины наплавленного металла шва к общей радиационной толщине не менее 0,2, имеющие двусторонний доступ, обеспечивающий возможность установки кассеты с радиографической пленкой и источника излучения в соответствии с требованиями стандарта.

При радиографическом контроле следует использовать источники излучения, предусмотренные ГОСТ 20426–82. Тип радиоактивного источника, усиливающего экран, напряжение на рентгеновской трубке должны устанавливаться технической документацией на приемку сварных соединений.

Аппаратура, методики проведения контроля, схемы контроля, выбор параметров радиографического контроля, расшифровка снимков и метрологическое обеспечение описаны в ГОСТ 7512–82.

Дополнительные сведения изложены в ГОСТ 23055–78, в котором приведена классификация сварных соединений при сварке металлов плавлением по результатам радиографического контроля. ГОСТ 23055–78 распространяется на сварные соединения, выполненные сваркой плавлением изделий из металлов и их сплавов с толщиной свариваемых элементов от 1 до 400 мм, и устанавливает 7 классов сварных соединений по максимально допустимым размерам пор, шлаковых, вольфрамовых и оксидных включений, выявляемых при радиографическом контроле.

За размеры пор, шлаковых и вольфрамовых включений принимаются размеры их изображений на радиограммах:

диаметр сферических пор и включений;

длина и ширина – для удлиненных пор и включений.

За размер скопления пор, шлаковых или вольфрамовых включений принимается его длина, измеренная по наиболее удаленным один от другого краям изображений пор или включений в скоплении (скопление – три или более беспорядочно расположенные поры, шлаковые или вольфрамовые включения, расстояние между любыми двумя ближайшими краями изображений которых составляет от одной, но не более трех их максимальной ширины или диаметра).

За размеры оксидных включений, непроваров и трещин принимается их длина.

Поры или включения с расстоянием между ними не более их максимальной ширины или диаметра, независимо от их числа и взаимного расположения, рассматриваются как одна пора или одно включение, размеры которых определяются в соответствии с вышесказанным.

Чувствительность радиографического контроля должна соответствовать требованиям ГОСТ 7512–82.

Дополнительные сведения о контроле сварных швов из алюминиевых и магниевых сплавов приведены в ИСО 2437–72, в котором устанавливаются особенности проведения рентгенографического контроля сварных швов из алюминиевых и магниевых сплавов.

Аппаратура для рентгенографического контроля подразделяется в соответствии с этим ИСО на следующие классы:

А – аппаратура общего назначения для исследования рентгеновскими лучами;

В – более чувствительная рентгеновская аппаратура.

Аппаратура класса В применяется, когда аппаратурой класса А трудно обнаружить дефекты.

В данном ИСО указываются общие положения защиты от рентгеновских лучей, подготовки поверхностей для исследования, правильное расположение шва на рентгеновском снимке, эталоны чувствительности, расположение пленок и источника излучения в зависимости от формы объекта.

Остальные требования к проведению радиографического контроля сварных швов из алюминиевых и магниевых сплавов должны соответствовать ГОСТ 7512–82.

4.3.3. Электрорадиографический контроль сварных соединений

Метод устанавливает правила и порядок проведения неразрушающего радиографического контроля сварных соединений из металлов и сплавов, выполненных сваркой плавлением, с применением тормозного и гамма-излучения и электрорадиографических носителей изображения (электрорадиографических пластин). Общие требования к методу должны соответствовать ГОСТ 28277–89.

Электрорадиографический контроль применяют для выявления в сварных соединениях трещин, непроваров, пор, шлаковых, вольфрамовых, оксидных и других включений, а также для выявления в недоступных для внешнего осмотра проплавов, подрезов и смещения кромок.

В методе приведены требования к аппаратуре и приспособлениям для контроля, к подготовке и проведению контроля. Контроль проводится с использованием эталонов чувствительности и/или маркировочных знаков. Приведены рекомендуемые схемы контроля кольцевых (стыковых, нахлесточных, угловых и тавровых) сварных соединений.

Остальные требования к проведению контроля должны соответствовать ГОСТ 7512–82.

4.3.4. Радиационный контроль слитков черных и цветных металлов

Метод устанавливает правила радиационного контроля слитков черных и цветных металлов для определения их соответствия допустимым уровням радиоактивности, т.е. допустимым уровням удельной активности гамма-излучающих радионуклидов (в соответствии с ГОСТ Р 51713–2001).

Распространяется на слитки черных и цветных металлов, полученные в результате плавки с использованием металлолома, в том числе металлических отходов ядерных энергетических установок, загрязненных радионуклидами.

Требования к методу: удельная активность гамма-излучающих радионуклидов в металлах не должна превышать значений, указанных в СП2.6.1799–99.

Средства измерения и оборудование:

радиометрическая установка на основе сцинтилляционного или полупроводникового гамма-спектрометра с нижней границей диапазона измерений удельной активности, не превышающей 20% значений, приведенных в СП 2.6 1799–99;

дозиметр гамма-излучения;

весы лабораторные с погрешностью ±1 г.

Порядок проведения контроля подробно описан в данном методе; его проводят с использованием проб плавки металла, отобранных в соответствии с ГОСТ 7565–81.

Приведены порядок оформления результатов измерений и требования радиационной безопасности.

4.4. Методы акустического (ультразвукового) контроля

Для обнаружения внутренних дефектов в металлах используется характеристическое распространение волн в области высоких звуковых частот, т.е. направленное излучение ультразвука . Такие методы позволяют определять размеры, форму и глубину залегания дефектов. Одним из преимуществ этих методов является возможность автоматизации проведения контроля.

Суть методов: акустический (ультразвуковой) контроль основан на способности ультразвуковых волн отражаться от поверхности раздела двух сред (металл – дефект).

Общие положения о методах проведения акустического контроля приводятся в ГОСТ 20415–82, который устанавливает условия и порядок применения акустических методов неразрушающего контроля, требования к оформлению технической документации на контроль, подготовке дефектоскопистов.

Акустический контроль следует проводить после исправления дефектов, обнаруженных при внешнем осмотре металлических изделий, оптическим методом.

Классификация акустических методов контроля приведена в ГОСТ 18353–79. Термины и определения акустических неразрушающих методов контроля даны в ГОСТах 23829–85 и 22727–88, применяемых совместно с ГОСТами 16504–81, 15467–79, 25.002–80.

Методы акустического контроля металлических материалов и их соединений подразделяются на:

теневой – основан на анализе уменьшения амплитуды прошедшей волны, обусловленного наличием дефекта (ГОСТ 23829–85);

зеркально-теневой – основан на анализе акустических импульсов после многократного их прохождения через объект контроля и регистрации дефектов по обусловленному ими изменению амплитуды сигнала, отраженного от донной поверхности (ГОСТ 23829–85);

эхо-импульсный – основан на анализе параметров акустических импульсов, отраженных от дефектов и поверхности объекта контроля (ГОСТ 23829–85);

эхо-сквозной – основан на измерении и регистрации амплитуды отраженных от несплошности металла ультразвуковых импульсов, причем излучение ультразвуковых импульсов происходит с одной стороны поверхности контролируемого изделия, а прием – с противоположной (ГОСТ 22727–88);

многократно-теневой – основан на измерении и регистрации амплитуды n-ного ультразвукового импульса, $2n–1$ раз прошедшего сквозь прокат (ГОСТ 22727–88).

Характеристика методов неразрушающего акустического контроля для обнаружения поверхностных, внутренних и сквозных дефектов, а также чувствительность методов для металлов, сварных и паяных соединений приведены в табл. 1.

При обнаружении дефектов в сварных и паяных соединениях устанавливают чувствительность оценки и определяют следующие характеристики:

эквивалентную площадь дефектов;

число дефектов на длине соединения, установленной в технической документации на контроль;

расстояние между дефектами;

координаты дефектов (для стыковых соединений);

условные размеры дефектов;

протяженность и высоту (для стыковых соединений);

протяженность (для нахлесточных соединений).

Способы определения характеристик дефектов должны соответствовать ГОСТ 14782–76.

Классификация дефектности сварных стыковых швов по результатам акустического контроля приведена в ГОСТ 22368–77.

Сведения о правилах проведения акустического контроля сварных соединений приведены в ГОСТ 14782-86. В нем изложены методы акустического контроля в стыковых, угловых, нахлесточных и тавровых соединениях, выполненных дуговой, электрошлаковой, газовой, газопрессовой, электронно-лучевой и стыковой сваркой оплавлением в сварных конструкциях из металлов и сплавов для выявления трещин, непроваров, пор, неметаллических и металлических включений.

Классификация дефектности паяных соединений по результатам акустического контроля приведена в ГОСТах 24715–81 и 26126–84 .

Качество паяных соединений оценивают по двухбалльной системе:

балл 1 – неудовлетворительное качество. В соединении выявлены недопустимые дефекты или число допустимых дефектов превышает норму, установленную в нормативно-технической документации на контроль;

балл 2 – удовлетворительное качество. В соединении выявлены только допустимые дефекты и число их ниже нормы, установленной в нормативно-технической документации на контроль, или дефекты не обнаружены.

Эти стандарты устанавливают ультразвуковые методы контроля качества паяных соединений и применяется для выявления внутренних дефектов.

При контроле нахлесточных и тавровых паяных соединений применяются раздельно-совмещенные и прямые преобразователи. При контроле стыковых паяных соединений применяются наклонные преобразователи.

Технология контроля паяных соединений должна быть установлена технической документацией, разработанной в соответствии с ГОСТами 3.1102–74 и 3.1502–74.

ГОСТ 14782–86 оговаривает требования к ультразвуковым дефектоскопам и стандартным образцам, используемым для настройки дефектоскопов, порядок подготовки к контролю, проведения контроля и оценки его результатов.

При контроле нахлесточных и тавровых паяных соединений применяют раздельно-совмещенные и прямые преобразователи, при контроле стыковых паяных соединений – наклонные преобразователи.

Дополнительные более подробные сведения об использовании и областях применения методов акустического (ультразвукового) контроля приведены в ГОСТах 22727–88 и 17410–84.

4.4.1. Акустическая (ультразвуковая) дефектоскопия для контроля металлических труб

Метод устанавливает правила и порядок проведения ультразвуковой дефектоскопии сплошности металла труб для выявления различных дефектов (типа нарушения сплошности) и неоднородностей металла, расположенных на внутренней и наружной плоскостях, а также в толще стенок труб и

обнаруживаемых ультразвуковой дефектоскопической аппаратурой (в соответствии с ГОСТ 14410–84).

Метод распространяется на прямые однослойные цилиндрические трубы, изготовленные из черных и цветных металлов и сплавов.

Суть метода: измеряют амплитуду эхо-сигнала от дефекта в контролируемом металле и сравнивают с амплитудой эхо-сигнала от искусственного отражателя в стандартном образце.

Аппаратура, чертежи стандартных образцов, номенклатура параметров преобразователей, схема их включения указаны в ГОСТах 14410–84 и 23702–79.

Трубы в зависимости от материала, назначения и технологии изготовления проверяют на:

продольные дефекты при распространении ультразвуковых колебаний в стенке трубы в одном направлении;

продольные дефекты при распространении ультразвуковых колебаний в стенке трубы в двух направлениях навстречу друг другу;

продольные и поперечные дефекты при распространении ультразвуковых колебаний в стенке трубы в двух направлениях;

дефекты типа расслоений.

При этом оговариваются: средства контроля; подготовка к контролю; порядок проведения контроля; оценка результатов контроля.

4.4.2. Метод акустического (ультразвукового) контроля листового проката

В ГОСТ 22727–88 изложены правила и порядок применения эхо-, теневого, эхо-сквозного и многократно-теневого методов в сочетании с теневым, эхо-метода в сочетании с зеркально-теневым при контроле листового проката из углеродистых и легированных сталей, в том числе двухслойного толщиной от 0,5 до 200.

Выявляются несплошности металла типа расслоений, скопления металлических включений, закатов, отслоения плакирующего слоя и определяются их условные или эквивалентные размеры.

Необходимость проведения ультразвукового контроля, метод и объем контроля указываются в нормативно-технической документации на прокат.

Для описания ультразвуковых методов, используются термины и понятия, основные из которых следующие:

несплошность – неоднородность металла, вызывающая отражение или ослабление ультразвуковой волны, регистрируемое аппаратурой;

условный размер дефекта – максимальное расстояние между двумя точками, расположенными на условной границе несплошности;

условная площадь – площадь участка листового проката, ограниченного условной границей несплошности;

дефектограмма – масштабное изображение единицы листового проката, по которому можно определить местоположение и условные размеры обнаруженных несплошностей.

Аппаратура, применяемая для ультразвукового контроля, должна соответствовать ГОСТ 23049–84, укомплектовываться пьезоэлектрическими или электромагнитно-акустическими преобразователями и контрольными образцами. Порядок изготовления контрольных образцов указан в приложении 3 к ГОСТ 22727–88.

Порядок проведения контроля, оценка и оформление результатов контроля и требования к технике безопасности должны также соответствовать ГОСТ 22727–88.

4.4.3. Акустический (ультразвуковой) контроль поковок из черных и цветных металлов

Методы устанавливают правила и порядок применения ультразвуковой дефектоскопии сплошности металла, обеспечивающей выявление дефектов типа раковин, закатов, трещин, флокенов, расслоений, неметаллических включений без определения их характера и действительных размеров (в соответствии с ГОСТ 24507–80).

Распространяются на поковки из черных и цветных металлов толщиной 10 мм и более.

При контроле используют ультразвуковые импульсные дефектоскопы, преобразователи, испытательные или стандартные образцы, АРД-диаграммы (системы графиков, связывающие амплитуду эхо-сигнала с расстоянием до дефекта и его эквивалентной площадью).

Требования к испытательным и стандартным образцам из сталей оговорены в ГОСТ 24507–80, а из алюминиевых сплавов – в ГОСТ 21397–75.

Перед контролем поверхность поковок, со стороны которой проводят прозвучивание, должна быть обработана и иметь параметр шероховатости поверхности R_a = 10 мкм по ГОСТ 2789–73.

Порядок проведения контроля, обработка и оформление результатов контроля, требования к технике безопасности должны соответствовать ГОСТ 24507–80.

4.4.4. Акустический (ультразвуковой) контроль железнодорожных рельсов

Методы устанавливают порядок и правила проведения ручного и механизированного ультразвукового контроля для выявления в головке, шейке и зоне продолжения шейки в подошву железнодорожных рельсов внутренних дефектов (расслоений, флокенов, раковин, неметаллических и инородных включений, трещин, дефектов электроконтактной сварки), а также зон аномальных механических напряжений в рельсах (в соответствии с ГОСТ 18576–96).

Методы распространяются на железнодорожные рельсы типа Р50, Р65, Р75 при их изготовлении, эксплуатации и ремонте (восстановлении). Допускается в соответствии с ГОСТ 18576–96 использовать эти методы для контроля рельсов других типов.

Рассмотрены методы контроля: эхо-метод; зеркальный; теневой; зеркально-теневой; дельта-метод.

Описано необходимое для контроля оборудование (ультразвуковые дефектоскопы, испытательные и стандартные образцы).

Приведены сведения об условной чувствительности контроля рельсов различными методами.

Указаны дополнительные нормативные ссылки на системы стандартов безопасности труда.

4.5. Методы теплового контроля

Методы устанавливают область применения, общие требования к аппаратуре и стандартным образцам, к подготовке и проведению контроля, оформлению результатов и технике безопасности на тепловой вид неразрушающего контроля (в соответствии с ГОСТами 23483–79 и 25314–82).

Приведены термины и пояснения к ним, применяемые при описании теплового вида неразрушающего контроля качества материалов, полуфабрикатов и изделий. Термины подразделяются на группы:

основные понятия;

методы теплового неразрушающего контроля;

средства теплового неразрушающего контроля;

составные части приборов теплового неразрушающего контроля;

источники нагрева при тепловом неразрушающем контроле.

Основные термины из приведенных групп указаны в Приложении к ГОСТ 23483–79.

Суть методов: методы основаны на взаимодействии теплового поля объекта с термометрическим чувствительным элементом (термопарой, термоиндикатором и т.д.), преобразовании параметров этого поля (интенсивности, температурного градиента, контраста лучистой энергии и др.) в параметры электрического поля или иного сигнала и передаче его на регистрирующий прибор.

Виды контроля. Для контроля применяют пассивные и активные методы. При пассивном контроле на объект не воздействует внешний источник энергии, при активном контроле на объект воздействует внешний источник энергии.

Пассивный контроль используют в следующих случаях:

для контроля теплового режима объектов контроля;

для обнаружения отклонений от заданной формы и геометрических размеров объектов контроля.

Активный контроль используют в следующих случаях:

для обнаружения дефектов типа нарушения сплошности в объектах контроля (трещин, пористости, расслоений, инородных включений);

для обнаружения изменений в структуре и физико-химических свойствах объектов контроля (неоднородность структуры, теплопроводность структуры, теплоемкость и коэффициент излучения).

Основные методы пассивного теплового контроля подразделяют на контактные и собственного излучения.

Основные методы активного теплового контроля подразделяют на стационарные и нестационарные.

В таблицах ГОСТ 23483–79 приведены области применения активного и пассивного контроля, их чувствительность, быстродействие, погрешность, контролируемые параметры, а также факторы, ограничивающие область их применения.

При контроле тепловым методом применяют аппаратуру по ГОСТ 12997–84. В нем указаны порядок подготовки и проведения контроля, оформления результатов, требования техники безопасности.

4.6. Методы электрического контроля

Термины и определения понятий в области электрического неразрушающего контроля качества материалов, полуфабрикатов и изделий установлены в ГОСТ 25315–82.

Термины подразделяются на группы: основные понятия; методы электрического неразрушающего контроля; средства электрического неразрушающего контроля.

Основные термины из приведенных групп, используемые для описания контроля, следующие:

электрическая дефектоскопия – совокупность методов и средств электрического неразрушающего контроля, предназначенных для обнаружения дефектов в объекте контроля;

контроль электростатический порошковый – метод электрического неразрушающего контроля, основанный на регистрации электростатических полей рассеяния с использованием в качестве индикатора наэлектризованного порошка;

контроль электропотенциальный – метод электрического неразрушающего контроля, основанный на регистрации распределения потенциала на поверхности объекта контроля;

контроль электропараметрический – метод электрического неразрушающего контроля, основанный на регистрации электрических характеристик объекта контроля.

Этими методами по величине электрического сопротивления или электропроводности контролируемого участка металла оценивают наличие дефектов или неоднородностей структуры в контролируемом металле.

Чувствительность методов зависит от чувствительности аппаратуры.

4.7. Методы капиллярного контроля

Капиллярный неразрушающий контроль основан на проникновении жидких веществ в капилляры на поверхности объекта контроля с целью их выявления. Выявляются как поверхностные несплошности – тупиковые капилляры, выходящие на поверхность объекта контроля, так и сквозные несплошности – сквозные капилляры, соединяющие противоположные стенки объекта.

Капиллярный контроль позволяет выявлять дефекты на поверхности сварных соединений (например, трещины, плены, пористость и др.).

Капиллярные методы могут быть использованы независимо от физических свойств материалов при условии, если поверхность материала не обладает поглощающими свойствами и «совместима» с капиллярными процессами (это касается длительного коррозионного воздействия).

Термины и определения основных понятий в области капиллярного неразрушающего контроля качества металлических материалов, полуфабрикатов и изделий установлены в ГОСТ 24522–80. Термины подразделяются на группы:

основные понятия;

методы капиллярного неразрушающего контроля;

средства капиллярного неразрушающего контроля;

термины технологических способов капиллярного неразрушающего контроля.

Основные термины из приведенных групп, используемые для описания методов:

контроль капиллярный неразрушающий – неразрушающий контроль, основанный на проникновении жидких веществ в капилляры на поверхности объекта контроля с целью их выявления;

пенетрант индикаторный – капиллярный дефектоскопический материал, обладающий способностью проникать в несплошности объекта контроля и индицировать их;

пенетрант люминесцентный – индикаторный пенетрант, испускающий свет под воздействием длинноволнового ультрафиолетового излучения;

пенетрант магнитный – индикаторная суспензия, частицы твердой фазы которой имеют ферромагнитные свойства, а жидкий носитель представляет собой молекулярную или коллоидную дисперсию люминофора, красителя или другого индикатора;

пенетрант цветной – индикаторный пенетрант, имеющий характерный цвет при наблюдении в видимом излучении;

индикаторный рисунок – изображение, образованное пенетрантом в месте расположения несплошностей и подобное форме их сечения у выхода на поверхность объекта контроля.

ГОСТ 24522-80 следует применять совместно с ГОСТами 16504–81 и 16263–70.

Общие требования к капиллярным методам неразрушающего контроля приведены в ГОСТ 18442–80. Он распространяется на капиллярные методы

неразрушающего контроля, предназначенные для обнаружения дефектов типа несплошностей металла, выходящих на контролируемую поверхность.

Этот же ГОСТ оговаривает основные капиллярные методы контроля, применяемые дефектоскопические материалы, аппаратуру, порядок проведения контроля и оформления результатов.

Основные принципы методов капиллярного неразрушающего контроля приведены в ГОСТ 2552–80 и ИСО 3452–84

Суть методов: на очищенную поверхность наносят пенетрант, который в течение определенного времени заполняет все поверхностные несплошности, затем наносят проявитель для извлечения жидкого пенетранта из несплошности на поверхность с тем, чтобы получить более четкое показание от дефекта.

При капиллярном (пенетрационном) методе контроля выявляется индикаторный рисунок.

Пенетранты подразделяют на следующие типы: люминесцентные; цветные; двуцелевые (люминесцентно-цветные).

Проявителями могут быть: сухие порошки; водные суспензии или их растворы; суспензии порошка в летучих безводных растворителях.

Проведение испытаний. Контролируемую поверхность равномерно смачивают пенетрантом любым способом (кистью, распылителем, погружением детали). Время пропитки зависит от свойств пенетранта, температуры, контролируемого материала и конкретных дефектов. Пенетрант не должен сохнуть в период пропитки. После сушки контролируемой поверхности на нее равномерно наносится проявитель, который выдерживается некоторое время (это зависит от материала, вида дефекта и других факторов) до появления индикаторного следа дефектов. Несплошности воспроизводятся в виде точек или линий.

Чувствительность методов очень высока, например, выявляются мелкие трещины шириной порядка 10^{-6} м.

Виды контроля. Для контроля металлических изделий и полуфабрикатов, в том числе сварных соединений, используются следующие методы капиллярного неразрушающего контроля:

жидкостной метод – метод контроля проникающими жидкими веществами, растворами, суспензиями, основанный на регистрации жидкости, проникающей в (или через) несплошности объекта контроля;

метод проникающих растворов – жидкостной метод, основанный на использовании в качестве проникающего вещества жидкого индикаторного раствора;

метод фильтрующихся суспензий – жидкостной метод, основанный на использовании в качестве жидкого проникающего вещества индикаторной суспензии, которая образует индикаторный рисунок из отфильтрованных частиц дисперсной фазы;

люминесцентный метод – жидкостной метод, основанный на регистрации контраста люминесцирующего в ультрафиолетовом излучении видимого индикаторного рисунка на поверхности объекта контроля;

цветной метод – жидкостной метод, основанный на регистрации контраста красного красителя в видимом излучении индикаторного рисунка на поверхности объекта контроля;

люминесцентно-цветной метод – жидкостной метод, основанный на регистрации контраста цветного или люминесцирующего индикаторного рисунка на фоне поверхности объекта контроля в видимом или ультрафиолетовом излучении;

яркостный метод – жидкостной метод, основанный на регистрации контраста в видимом излучении ахроматического рисунка на поверхности объекта контроля;

капиллярно-магнитопорошковый метод – жидкостной метод, основанный на обнаружении комплексного индикаторного рисунка, образованного пенетрантом и ферромагнитным порошком при контроле намагниченного объекта.

4.8. Методы магнитного контроля

Методы магнитного контроля основаны на индикации и анализе магнитных полей рассеяния, возникающих в местах нарушения сплошности ферромагнитного сварного шва при воздействии на него магнитного поля. Изменения напряженности магнитного поля в месте дефекта (несплошности, включения, различающиеся по магнитным характеристикам) регистрируются с помощью ферромагнитного порошка при магнито-порошковом способе контроля, магнитной пленки при магнитографическом способе и феррозонда при магнитоферрозондовом способе контроля.

Метод контроля с помощью магнитного порошка чаще других методов применяется для обнаружения магнитных полей рассеяния. Их обнаружение основано на использовании в качестве средств контроля черных, серебристо-блестящих, цветных или флюоресцирующих ферромагнитных частиц величиной порядка 10 мкм. Эти частицы входят в состав жидкой эмульсии или газовой взвеси. Вследствие больших градиентов магнитного поля вблизи поверхностей дефектов магнитный порошок притягивается, благодаря чему возникает индикаторный рисунок.

В ГОСТ 24450–80 установлены термины и определения, применяемые при магнитных методах неразрушающего контроля, контроля качества материалов, полуфабрикатов и изделий, а также способах намагничивания объектов. Основные понятия:

магнитный неразрушающий контроль – неразрушающий контроль, основанный на регистрации магнитных полей рассеяния, возникающих над дефектами;

магнитная дефектоскопия – выявление дефектов типа нарушения сплошности материала объекта контроля методами магнитного неразрушающего контроля;

индикаторный рисунок – рисунок, образованный на поверхности объекта контроля ферромагнитным порошком в местах возникновения магнитного поля рассеяния дефекта.

Термины подразделяются на группы:

основные понятия;

режимы регистрации параметров магнитного поля при магнитном неразрушающем контроле;

средства регистрации и индикации параметров магнитного поля;

методы магнитного неразрушающего контроля;

средства магнитного неразрушающего контроля;

способы намагничивания объекта.

Основные термины из приведенных групп указаны в Приложении 1 ГОСТ 24450–80. Этот стандарт следует применять совместно с ГОСТами 19880–74, 19693–74, 20906–75, 16504–74, 16263–70.

4.8.1. Магнитопорошковый контроль

Метод устанавливает правила проведения магнитопорошкового неразрушающего контроля деталей, изделий и полуфабрикатов из ферромагнитных материалов с относительной магнитной проницаемостью не менее 40 (в соответствии с ГОСТ 21105–87).

Суть метода: метод основан на явлении притяжения частиц магнитного порошка магнитными потоками рассеяния, возникающими над дефектами в намагниченных объектах контроля. Наличие и протяженность индикаторных рисунков, вызванных полями рассеяния дефектов, можно регистрировать визуально или автоматическими устройствами обработки изображения.

Метод магнитопорошкового контроля предназначен для выявления поверхностных и подповерхностных нарушений сплошности: волосовин, трещин, флокенов, закатов, надрывов, непроваров в сварных соединениях и т.п. Метод может быть использован для контроля объектов с немагнитными покрытиями.

Уровни чувствительности. В зависимости от размеров выявляемых дефектов устанавливаются три условных уровня чувствительности, которые приведены ниже:

Условный уровень чувствительности.....	А	Б	В
Минимальная ширина раскрытия условного дефекта, мкм	2,0	10,0	25,0
Минимальная протяженность условного дефекта, мм	0,5	0,5	0,5

Примечание. Условный дефект – поверхностный дефект в виде плоской щели с параллельными стенками с отношением глубины к ширине,

равным 10, ориентированный перпендикулярно к направлению магнитного поля.

При контроле магнитопорошковым методом применяют стационарные, передвижные и переносные магнитные дефектоскопы.

ГОСТ 21105–87 определяет требования к дефектоскопическим материалам, порядок подготовки и проведения контроля. Приведены способы и схемы намагничивания испытываемых объектов.

4.8.2. Магнитографический контроль швов сварных соединений трубопроводов

Метод устанавливает правила и порядок проведения магнитографического неразрушающего контроля сплошности кольцевых стыковых сварных швов стальных трубопроводов различного диаметра с толщиной стенки от 2 до 25 мм, выполненных сваркой плавлением (в соответствии с ГОСТ 25225–82).

Магнитографический метод контроля выявляет в стыковых сварных швах трубопроводов из низко- и среднелегированных углеродистых ферромагнитных сталей наружных и внутренних трещин, непроваров, цепочек шлаковых включений и пор.

Магнитографический контроль следует проводить после окончания сварки труб, остывания сварного шва до температуры ниже 60 °С, до начала изоляционных работ.

Метод распространяется и на сортовой, листовой, полосовой, фасонный прокат, листы с немагнитными покрытиями, трубы, многослойные листы и ленты из углеродистых, легированных и электротехнических марок стали.

В ГОСТ 25225-82 указаны средства контроля (магнитная лента, намагничивающие устройства, принадлежности для контроля и др.), порядок подготовки и проведения контроля, обработки результатов.

Дополнительные сведения об использовании этого метода для контроля механических свойств и микроструктуры металлопродукции приведены в ГОСТ 30415–96.

Неразрушающий метод магнитного контроля применяется при наличии устойчивых парных или множественных вероятностных соотношений между контролируемыми показателями качества и магнитными характеристиками сталей.

Для неразрушающего магнитного контроля применяют приборы, измеряющие структурно-чувствительные магнитные характеристики.

Отбор образцов для проведения испытаний проводится по ГОСТ 7564–97, который определяет порядок проведения контроля и обработки результатов испытаний.

4.8.3. Метод магнитной памяти металла

Термины и определения понятий в области неразрушающего метода контроля путем магнитной памяти металла приведены в ГОСТ Р 52081–2003.

Суть метода: анализ распространения собственного магнитного поля рассеяния на поверхности изделий для определения зон концентрации напряжений, дефектов и неоднородностей структур металла и сварных соединений.

Основные термины и определения, используемые при описании метода: магнитная память металла – последствие, которое проявляется в виде остаточной намагниченности металла изделий и сварных соединений, сформировавшейся в процессе их изготовления и охлаждения в слабом магнитном поле, или в виде необратимого изменения намагниченности изделия в зонах концентрации напряжений и повреждений от рабочих нагрузок;

собственное магнитное поле рассеяния (СМПР) изделия – магнитное поле рассеяния, возникающее на поверхности изделия в зонах устойчивых полос скольжения дислокаций под действием рабочих и остаточных напряжений или в зонах максимальной неоднородности структуры металла;

метод магнитной памяти металла – метод неразрушающего контроля, основанный на анализе распределения СМПР на поверхности изделий для определения зон концентрации напряжений, дефектов и неоднородности структур металла и сварных соединений;

магнитный показатель деформационной способности металла – отношение максимального значения градиента СМПР к его среднему значению.

4.9. Методы течеискания

Эти методы выявляют места локальных течей в металле, сварных соединениях открытых и замкнутых конструкций.

Виды течеискания: радиационный, масс-спектрометрический, манометрический, галоидный, газоаналитический, химический, акустический, капиллярный, наливом воды под напором, наливом воды без напора, поливанием струей воды под напором, поливанием рассеянной струей воды, пузырьковый.

Толщины контролируемого металла этими методами не ограничиваются. В табл. 1 в соответствии с ГОСТами 3242–79 и 24715–81 приведены чувствительность этих методов, области их применения и выявляемые ими дефекты.

4.9.1. Выбор методов и средства испытаний на герметичность

Методы устанавливают порядок и критерии выбора способов и средств испытаний на герметичность (в соответствии с ГОСТ Р 51780–2001). Они обеспечивают проведение испытаний в соответствии с требуемыми

показателями, в установленные сроки, с наименьшими экономическими затратами и с необходимым уровнем защиты людей, объектов испытаний и окружающей среды.

Описаны правила выбора метода и средств испытаний. Способ контроля выбирают по следующим критериям:

выполнение обязательных и дополнительных требований по согласованию с заказчиком;

затраты – качество (стоимость – эффективность);

повышение культуры производства.

Показаны основные характеристики методов и средств испытаний на герметичность. В табл. 1 приведен перечень методов и средств контроля.

4.9.2. Испытания на герметичность

Методы устанавливают правила и порядок испытаний на герметичность любых изделий, в том числе сварных (в соответствии с ГОСТ 24054–80).

Суть методов: регистрация пробного вещества, проникающего из герметичного объема или извне в герметичный объем, для установления негерметичности изделий.

Виды испытаний. Описание методов контроля и их характеристики приведены в таблице приложения 2 указанного ГОСТа. В этой таблице даны наименования групп методов, краткое их описание, способы их реализации, чувствительность методов, формулы для оценки порога чувствительности при индикации потока газа или жидкости.

В зависимости от рода пробного вещества методы испытаний на герметичность подразделяются на две группы: газовые и жидкостные. Каждая группа включает в себя подгруппы, различающиеся по принципу регистрации пробного вещества:

1) газовые методы:

радиоактивный – регистрирует утечку газов с радиоактивными изотопами;

манометрический – изделия заполняют пробным газом или вакуумируют и регистрируют изменение давление во времени;

масс-спектрометрический – изделия помещают в вакуумированную камеру или в камеру, заполненную атмосфетным воздухом, затем подают пробный газ и регистрируют его появление с помощью масс-спектрометрического течеискателя;

галогенный – изделия заполняют под давлением галогеносодержащим газом или их вакуумируют и затем обдувают галогеносодержащим газом. Наличие течи устанавливают с помощью галогенного течеискателя;

пузырьковый – изделия помещают в ванну с жидкостью и заполняют их пробным газом под давлением. О негерметичности судят по интенсивности пузырьков в жидкости;

химический – контролируемые участки покрывают индикаторной лентой, затем изделия заполняют под давлением пробным газом, который в местах негерметичности изменяет цвет ленты;

2) жидкостные методы:

гидростатический – изделия заполняют пробной жидкостью и о негерметичности судят по появлению на поверхности изделий капель;

люминесцентный – изделия заполняют пробной жидкостью, содержащей люминофор. Затем контролируемые участки освещают ультрафиолетовым светом, выявляющим несплошности в виде светящихся точек или линий.

Испытания на герметичность выявляют степень герметичности изделий в целом и отдельные течи.

Подробные сведения о приведенных выше методах испытания на герметичность, требования к выбору методов испытания, подготовка к испытаниям и порядок их проведения приведены в ГОСТ 24054–80.

4.9.3. Масс-спектрометрический метод течеискания

Метод устанавливает правила контроля герметичности, а также проведения испытаний на герметичность (в соответствии с ГОСТ 28517–90).

Пробные вещества обнаруживают в смеси веществ, проникающих через течи, путем их ионизации с последующим разделением ионов под действием электрического или магнитного поля и регистрацией сигнала течеискателя.

Масс-спектрометрический метод течеискания позволяет с помощью обдува, щупа, присоски определять локальные места нахождения течи, а с помощью вакуумной камеры – общую степень негерметичности.

В ГОСТ 28517–90 приведены общие требования к аппаратуре, порядок подготовки и проведения испытаний, оформления результатов и требования техники безопасности (в соответствии с ГОСТ Р 51780–2001) .

4.10. Вихретоковый метод контроля электрической проводимости цветных металлов

Метод устанавливает правила измерения удельной электрической проводимости в диапазоне от 0,5 до 37 МСм/м.

Распространяется на полуфабрикаты и детали из цветных неферромагнитных металлов и сплавов (в соответствии с ГОСТ 27333–87).

Не распространяется на проволоку и фольгу.

Суть метода: метод основан на анализе взаимодействия электромагнитного поля вихретокового преобразователя с электромагнитным полем вихревых токов, наводимых в контролируемом объекте.

Аппаратура: вихретоковые измерители удельной электропроводимости с преобразователем, имеющим в качестве индикаторного устройства цифровое табло, стрелочные указатели, проградуированные и

непроградуированные в единицах электропроводности. Частота тока возбуждения вихретокового преобразователя должна быть не менее 40 кГц.

Вихретоковые измерители используют совместно с комплектом государственных стандартных образцов удельной электрической проводимости (ГСО).

В ГОСТ 27333–87 описаны правила подготовки измерителей к работе и их поверки, требования к объекту контроля, форма и размеры образцов (площадок), качество их поверхности.

Указано на недопустимость таких дефектов как раковины, трещины, коррозионные поражения и др.

Проведение измерений. Измерения проводят при внешних условиях, соответствующих требованиям эксплуатационной документации вихретокового измерителя, при этом условия проведения настройки и измерения должны быть одинаковыми.

Подробно описан порядок проведения измерений. Даны формулы вычисления электропроводности объекта контроля, формы протоколов оформления результатов измерений.

Приведены правила техники безопасности при проведении указанных измерений.

В рекомендуемых приложениях даны определения поправок при измерении электропроводности объектов контроля с учетом влияния размеров, формы, и плакирующего слоя объекта:

определение значения поправки на краевой эффект при измерении электропроводности объектов контроля, имеющих маленькую площадку для измерения;

определение значения поправки на толщину при измерении электропроводности тонкостенных объектов контроля;

определение значения поправки на толщину плакирующего слоя при измерении электропроводности плакированных объектов контроля;

определение значения поправки на кривизну поверхности при измерении электропроводности объектов контроля цилиндрической формы.

Во всех случаях описан порядок определения поправок, приведены формулы расчета и примеры построения эмпирических графиков.

Таблица 1

Неразрушающие методы контроля качества металлических материалов, сварных и паяных соединений (с учетом ГОСТов 3242–79, 24715–81)

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
1	Оптический	Визуальный, визуально-оптический, интерферометрический; дифракционный, рефлексометрический, нефелометрический.	Поверхностные дефекты	Выявляют дефекты величиной < 0,1 мм при использовании оптических приборов с увеличением до 30 крат; несплошности, отклонения размера и формы сварного соединения от заданных более чем на 0,1 мм, оценивают качество поверхности, в том числе поверхностное окисление и шероховатость поверхности.	Соединения, имеющие доступные для осмотра поверхности (в соответствии с ГОСТами 23479–79 и 26877–91)
2	Радиационный**	Радиографический	Внутренние и поверхностные дефекты (несплошности), а также дефекты формы соединения	2–5% от суммарной просвечиваемой толщины материала; зависит от толщины и марок контролируемых материалов	ГОСТы 20426–75, 7512–82, 28277–89, 18353–70, 24064–80, 23055–78, Р51713–2001

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
3	Радиационный**	Радиоскопический	Внутренние и поверхностные дефекты (несплошности), а также дефекты формы соединения	3–8% от суммарной просвечиваемой толщины материала; зависит от толщины и марок контролируемых материалов	То же

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
4	Акустический (ультразвуковой)	Отраженного излучения (эхо-метод), прошедшего излучения, резонансный, свободных колебаний, акустико-эмиссионный	Внутренние и поверхностные дефекты (несплошности)	Определяют условные размеры дефекта, эквивалентную площадь, конфигурацию и число дефектов, дефекты площадью 1–15 мм^2 при толщине материала 2,5–150 мм соответственно. Метод не гарантирует выявление одиночных пор, шлаковых и инородных включений диаметром 1-2 мм. Не выявляются дефекты, расположенные по глубине в мертвой зоне дефектоскопа, а также дефекты, расположенные от отражающей поверхности на расстоянии меньшем, чем разрешающая способность дефектоскопа	Область применения ограничена только для соединений, не имеющих доступа для ввода и приема ультразвуковых колебаний, и соединений, обладающих повышенным затуханием ультразвуковых колебаний. ГОСТы: 14782–86, 22727–88, 23829–85, 17410–84, 16504–81, 15467–79, 25.002–80, 23049–84, 20415–82, 22368–77, 18353–79, 24175–85, 26126–84, 24507–80, 18576–98

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
5	Тепловой	Теплометрический, термометрический	Внутренние дефекты	Создает тепловой поток в направлении, перпендикулярном поверхности соединения	Выявление дефектов в металлах и соединениях, у которых толщина слоя, обращенного к приемнику излучения, не превышает 3 мм. ГОСТы: 23483–79, 25314–82
6	Электрический	Электрический	Внутренние дефекты	Качество оценивают по величине электрического сопротивления или электропроводности контролируемого участка. Вид и характер дефекта не определяются. Чувствительность зависит от чувствительности аппаратуры	Для материалов, полуфабрикатов и конструкций, имеющих доступ для измерительных наконечников. ГОСТ 25315–82

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
7	Капиллярный	Цветной, люминесцентный, люминесцентно-цветной	Дефекты (несплошности), выходящие на поверхность	Чувствительность и достоверность метода зависят от качества подготовки поверхности (шероховатости) материала к контролю. Условные уровни чувствительности – по ГОСТ 18442–80	Соединеия, имеющие поверхности, доступные для нанесения пенетрантов и осмотра. ГОСТы: 18442–80; 25222– .
8	Магнитный	Магнитоферрозондовый	Поверхностные и подповерхностные несплошности	Выявляет внутренние несплошности, расположенные на глубине до 10 мм от поверхности ферромагнитного металла и разнонаправленных дефектов. Условные уровни чувствительности – по ГОСТ 21104-75	Выявление деффектов в металле и сварных конструкциях из ферромагнитных материалов. ГОСТы: 21104–75; 24450–80; 25225–82, 30415–96, Р52081–2003.

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
9	Магнитный	Магнито-порошковый	Поверхностные и подповерхностные несплошности	Выявляет внутренние несплошности, расположенные на глубине до 2 мм включительно у ферромагнитных металлов. Условные уровни чувствительности – по ГОСТ 21105–75	Выявление деффектов в металле и сварных конструкциях из ферромагнитных материалов. ГОСТ 21105–75
10	Магнитный	Магнито-графический	Поверхностные, подповерхностные и внутренние несплошности в ферромагнитных материалах	Выявляет внутренние несплошности толщиной от 2 до 7% от толщины контролируемого ферромагнитного металла. Контролируемая толщина не более 25 мм	Сварные стыковые соединения, выполненные дуговой газовой сваркой, конструкции из ферромагнитных материалов. ГОСТ 21105–75

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
11	Вихретоковый	Трансформаторный, параметрический	Поверхностные и подповерхностные дефекты	Параметр шероховатости поверхности контролируемых соединений ≤40 мкм; дефекты с раскрытием 0,0005 – 0,001 мм и глубиной 0,2 мм. Одновременно с поверхностными дефектами выявляют дефекты, расположенные на глубине до 0,2 мм от поверхности	Соединения, имеющие поверхности, доступные для преобразователей дефектоскопов
12	Течеискание	Масс-спектрометрический	Сквозные дефекты	Способы: вакуумной камеры, накопления при атмосферном давлении, опрессовки в камере, опрессовки замкнутых оболочек, обдува. Порог чувствительности испытаний в зависимости от способов: от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-7}$ мм^3·МПа/с	Определение герметичности изделий и/или их элементов, а также выявление отдельных течей. ГОСТы: 24054–80; 28517–90; Р51780–2001

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
13	Течеискание	Капиллярный (люминесцентные методы)	Сквозные дефекты	Люминесцентный метод – от $1 \cdot 10^{-2}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ мм^3·МПа/с; люминесцентно-цветной – от $1 \cdot 10^{-2}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ мм^3·МПа/с; люминесцентно-гидравлический – от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ мм^3·МПа/с; смачиванием керосином – до $7 \cdot 10^{-3}$ мм^3· МПа/с	Определение герметичности изделий, выявление отдельных течей. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТЫ: 18442–80; 24054–80; 24522-80
14	Течеискание	Радиоактивный	То же	Порог чувствительности испытаний от $1 \cdot 10^{-9}$ до $1 \cdot 10^{-14}$ мм^3·МПа/с; зависит от технических характеристик применяемых средств контроля, конструктивных особенностей контролируемых изделий и технологии контроля	Определение герметичности изделий, работающих под давлением, и/или отдельных течей при невозможности применения других методов течеискания. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТ 24054–80

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
15	Течеискание	Манометрический	Сквозные дефекты	Способы: компрессионный, вакуумный, камерный. Порог чувствительности испытаний – от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-8}$ мм^3·МПа/с; зависит от технических характеристик применяемых средств контроля, конструктивных особенностей контролируемых изделий и технологии контроля	Определение герметичности замкнутых конструкций, работающих под давлением или в вакууме, и/или их элементов, а также выявление отдельных течей. Позволяет определять суммарные либо локальные утечки через сквозные дефекты. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТ 24054–80

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
16	Течеискание	Галоидный	Сквозные дефекты	По способу щупа атмосферного – до $5 \cdot 10^{-4}$ мм^3·МПа/с; по способу щупа вакуумного – до $1 \cdot 10^{-6}$ мм^3·МПа/с	Места и величины локальных течей в замкнутых конструкциях, в том числе сварных и паяных соединиях, работающих под давлением. Контролируемая толшина не ограничивается. ГОСТ 24054–80
17	Течеискание	Газоаналитический	Сквозные дефекты	По фреону 12 (90%) в смеси с воздухом (10%) – от $2 \cdot 10^{-4}$ до $4 \cdot 10^{-4}$ мм^3·МПа/с	Места локальных течей в замкнутых конструкциях, в том числе сварных и паяных соединениях, работающих под давлением. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТ 24054–80

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
18	Течеискание	Химический	То же	По аммиаку – до $6{,}65\cdot10^{-4}$ мм^3·МПа/с; по аммонию – от $1\cdot10^{-1}$ до 1 мм^3·МПа/с	Места локальных течей в открытых и закрытых конструкциях, в том числе сварных и паяных соединениях, работающих под давлением или предназначенных для хранения жидкостей. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТ 24054–80
19	Течеискание	Наливом воды под напором	» »	От $3\cdot10^{-4}$ до $2\cdot10^{-2}$ мм^3·МПа/с	Места локальных течей в сварных и паяных соединениях закрытых конструкций, работающих под давлением. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТ 3285–77

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
20	Течеискание	Наливом воды без напора	Сквозные дефекты	Не более $1 \cdot 10^{-3}$ мм^3·МПа/с	Места локальных течей в соединениях открытых конструкций, в том числе сварных и паяных соединениях. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТ 3285–77
21	Течеискание	Поливание струей воды под напором	То же	Не более $1 \cdot 10^{-1}$ мм^3·МПа/с	Места локальных течей в сварных и паяных соединениях открытых конструкций. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТ 3285–77
22	Течеискание	Поливание рассеянной струей воды	Сквозные дефекты	Не более $1 \cdot 10^{-1}$ мм^3·МПа/с	Места локальных течей в сварных и паяных соединениях открытых конструкций. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТ 3285–77

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)
23	Течеискание	Пузырьковый	То же	Пневматические: надувом воздуха – от $7 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ мм^3 МПа/с; обдувом струей сжатого воздуха – до $1 \cdot 10^{-2}$ мм^3·МПа/с; пневмогидравлические: аквариумный – до $1 \cdot 10^{-3}$ мм^3·МПа/с; бароаквариумный – от $5 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ мм^3 МПа/с. вакуумный (с применением вакуум-камер) – до $1 \cdot 10$ мм^3·МПа/с	Места локальных течей. Пневматические: надувом воздуха – сварные и паяные соединения замкнутых конструкций, рабочим веществом которых является газ или жидкость; обдувом струей сжатого воздуха – сварные и паяные соединения открытых крупногабаритных конструкций; пневмогидравлические – сварные и паяные соединения малогабаритных замкнутых конструкций, работающих под давлением; вакуумный – при одностороннем подходе к контролируемым соединениям. Контролируемая толщина не ограничивается. ГОСТ 3285–77

Номер п/п	Вид контроля (ВК)	Метод контроля (МК)	Выявляемые дефекты (ВД)	Чувствительность метода* (ЧМ)	Стандарт на метод контроля, область применения метода (СОП)

* Размеры фактически выявляемых дефектов зависят от технических характеристик средств контроля, конструктивных особенностей изделия и технологии изготовления.

** При радиографическом и радиоскопическом контроле не обеспечивается выявление дефектов: любых дефектов, если их протяженность в направлении излучения меньше удвоенной чувствительности контроля, определенной по эталонам чувствительности, или если изображения дефектов совпадают с другими изображениями, затрудняющими расшифровку (изображениями посторонних деталей, острых углов изделия, резких перепадов толщин паяемых элементов и т.п.); трещин с раскрытием менее 0,1 мм; трещин, плоскость раскрытия которых не совпадает с направлением излучения; непропаев в случае, если разница между коэффициентами ослабления излучения припоем и паяемым материалом и толщина паяного шва не обеспечивают достаточного радиационного контраста.

Радиографический и радиоскопический контроль следует применять при наличии двустороннего доступа к контролируемому паяному соединению, обеспечивающего возможность установки источника и детектора излучения в соответствии со схемами контроля.

Глава 5. Методы контроля качества покрытий

Покрытие – слой или несколько слоев материала определенного состава и строения (структуры), искусственно создаваемые на покрываемой поверхности, служащие для функциональных и декоративных целей.

Покрытия делятся на металлические и неметаллические неорганические.

К металлическим покрытиям относят покрытия из металлов (алюминий, хром, никель, цинк, молибден и др.), сталей различных классов и сплавов на основе алюминия, хрома, никеля, цинка, молибдена и др.

К неметаллическим неорганическим покрытиям относятся покрытия из керамики (оксидной, боридной и др.) и композиционных материалов (металл – керамика, керамика – керамика).

Покрытия не должны иметь трещин, сколов, отслоений, вздутий, открытых и закрытых раковин, поверхностных загрязнений.

Толщина покрытий должна быть больше, чем размеры микронеоднородности поверхности материала основы.

В качестве материала основы используются магнитные и немагнитные материалы: стали, сплавы на основе меди, алюминия, титана, никеля и др.

Значения параметров шероховатости поверхности покрытия измеряются в соответствии с ГОСТ 2789–73 и должны соответствовать требованиям конструкторской документации.

Толщину покрытия измеряют следующими методами: магнитными (метод магнитного потока, пондеромоторный метод, индукционный), вихретоковым, термоэлектрическим и ионизирующего излучения.

В настоящей главе приведены сведения о покрытиях (термины, определения, обозначения в технической документации), подробно описаны стандартные методы контроля качества покрытий.

5.1. Общие положения

5.1.1. Термины и определения, применяемые при описании покрытий

Применяемые в науке, технике и производстве термины и определения основных понятий в области металлических и неметаллических неорганических покрытий, полученных на металле или сплаве, устанавливает ГОСТ 9.008–82. В этот стандарт включен перечень терминов и определений, относящихся к обработке поверхности, свойствам покрытий и дефектам гальванических покрытий.

Приведены термины и их определения по следующим разделам (см. Приложение к ГОСТ 9.008–82: общие понятия; технология получения покрытий; виды покрытий; обработка поверхности покрываемого металла; свойства покрытий; дефекты гальванических покрытий.

5.1.2. Обозначения металлических и неметаллических неорганических покрытий

Обозначения металлических и неметаллических неорганических покрытий в технической документации устанавливает ГОСТ 9.306–85. Они сведены в следующие таблицы:

способы обработки основного металла (способ обработки основного металла – обозначение);

способы получения покрытий (способ получения покрытия – обозначение);

обозначения материала покрытия, состоящего из металла (наименование металла покрытия – обозначение);

обозначения покрытий сплавами (наименование материала покрытия сплавами – обозначение);

обозначения неметаллических неорганических покрытий (наименование неметаллического неорганического покрытия – обозначение);

обозначения функциональных свойств покрытий (наименование функциональных свойств покрытия – обозначение);

обозначения декоративных свойств покрытий (наименование декоративного свойства – декоративный признак покрытия – обозначение);

обозначения дополнительной обработки покрытия (наименование дополнительной обработки покрытия – обозначение);

обозначения никелевых и хромовых покрытий (наименование покрытия – обозначение);

обозначения электролитов для получения покрытия (основной металл – наименование покрытия – основные компоненты – обозначение);

обозначения растворов для получения покрытий (основной металл – наименование покрытия – основные компоненты – обозначение).

В приложении к ГОСТ 9.306–85 приведены примеры обозначений покрытий.

5.1.3. Требования к выбору покрытий

Общие требования к выбору металлических и неметаллических неорганических покрытий деталей и сборочных единиц, наносимых химическим, электрохимическим и горячим (олово и его сплавы) способами установлены в ГОСТ 9.303–84.

Не распространяется на покрытия, применяемые в качестве технологических покрытий деталей часов и ювелирных изделий.

При выборе покрытия следует учитывать:

назначение детали и покрытия;

условия эксплуатации детали с покрытием (в соответствии с требованиями ГОСТ 15150–69);

материал и свойства детали и покрытия;

способ получения покрытия и его влияние на механические и другие характеристики материала детали;

экологичность металла покрытия и технологического процесса его нанесения;

допустимость контакта металлов и покрытий (в соответствии с ГОСТ 9.005–72).

В ГОСТ 9.303–84 даны таблицы, в которых изложены области применения различных покрытий на различных металлах и сплавах с учетом их назначения, их допустимые толщины, методы и технологии нанесения покрытий в каждом конкретном случае. В таблицах описаны покрытия для пружин и деталей типа пружин из различных металлов (с учетом их назначения), для деталей с матричной резьбой (также с учетом их назначения).

В приложении к ГОСТу показаны основные характеристики покрытий из различных материалов (цинковые, никелевые, медные, хромовые, оловянные, алюминиевые, золотые и др.).

5.1.4. Требования к поверхности основного металла и покрытиям

Общие требования к поверхности основного металла и покрытиям в процессе их производства и контроля качества установлены в ГОСТ 9.301–86.

Этот стандарт распространяется на металлические и неметаллические неорганические покрытия, получаемые химическим, электрохимическим и горячим (олово и его сплавы) способами.

Не распространяется на покрытия, применяемые в качестве технологических подслоев, на никелевые, никельхромовые, меднoникелевые и медноникельхромовые покрытия, а также на покрытия, имеющие только декоративное назначение, и не учитывает изменение покрытий, наносимых при сборке и испытаниях изделий.

Соответствие покрытий требованиям ГОСТ 9.301–86 контролируют методами, изложенными в ГОСТ 9.302–88.

Требования к поверхности основного металла и покрытиям, в том числе к их внешнему виду, толщине, химическому составу, пористости, защитным и функциональным свойствам, изложены в ГОСТ 9.301–86.

Приведены таблицы перечисленных выше требований к следующим покрытиям:

цинковое и кадмиевое (в том числе хроматные и фосфатные покрытия на цинковых и кадмиевых покрытиях);

медное и сплавами меди;

никелевое;

хромовое;

оловянное и сплавами олова;

серебряное и сплавами серебро-сурьма;

золотое и сплавами золота;

палладиевое и родиевое;

оксидное на стали и чугуне;

получаемые способами химического пассивирования на коррозионно-стойких сталях;

химическое, оксидное и анодно-оксидное покрытие на меди и ее сплавах;

химическое, оксидное и анодно-оксидное покрытие на алюминии и его сплавах;

анодно-оксидное покрытие на титановых сплавах;

химическое, оксидное и анодно-оксидное покрытие на магнии и его сплавах;

фосфатное покрытие на сталях и чугуне.

5.2. Требования к технологическим процессам нанесения покрытий

5.2.1. Технологические операции нанесения покрытий на металлические материалы

Параметры операций, входящих в технологические процессы получения покрытий, кроме операций подготовки поверхности основного металла и обработки покрытий, производимых механическими способами (шлифование, полирование и т.п.), должны соответствовать требованиям ГОСТ 9.305–84.

Эти требования распространяются на металлические и неметаллические неорганические покрытия, получаемые электрохимическим и химическим способами на деталях и сборочных единицах, за исключением деталей и сборочных единиц из высокопрочных сталей и магниевых сплавов.

Классификация стандартизуемых операций по их назначению дана в приведенных в стандарте картах (таблицах), содержащих различные варианты химико-технологических операций. Эти операции различаются составом электролитов (растворов) или режимом обработки.

В ГОСТ 9.305–84 приведены следующие технологические карты:

обезжиривание органическими растворителями;

обезжиривание химическое;

обезжиривание электролитическое;

травление углеродистых, низко- и среднелегированных сталей и чугунов;

травление химическое коррозионностойких сталей;

травление химическое меди и ее сплавов;

травление алюминия и его сплавов;

гидридная обработка титана и его сплавов;

снятие травильного шлама;

активация химическая;

полирование химическое; полирование электрохимическое;

подготовка поверхности алюминия и его сплавов перед нанесением металлических покрытий;

кадмирование;

оловянирование;

свинцевание;

меднение;

никелирование;

хромирование;

железнение;

серебрение;

золочение;

палладирование;

родирование;

получение металлических покрытий химическим способом;

получение металлических покрытий контактным способом;

покрытие сплавом олово – никель;

покрытие сплавом олово – висмут;

покрытие сплавом олово – свинец;

покрытие сплавом медь – олово;

покрытие сплавом медь – цинк;

покрытие сплавом олово – цинк;

покрытие сплавом серебро – сурьма;

покрытие сплавом на основе золота;

покрытие сплавом палладий – никель;

покрытие сплавом никель – кобальт;

покрытие сплавом медь – свинец – олово;

фосфатирование;

химическое оксидирование металлов и их сплавов;

химическое и электрохимическое тонирование;

анодное окисление алюминия и его сплавов;

анодное окисление титана и его сплавов;

анодное окисление меди и ее сплавов;

осветление и пассивирование химическое;

хроматирование;

наполнение и пропитка;

термическая обработка;

сушка.

В приложении к ГОСТ 9.305–84 приведены основные схемы технологических процессов подготовки поверхности перед нанесением покрытий (табл. 1) и дополнительной их обработки (табл. 2). В табл. 1 включены следующие рубрики: основной металл; характеристики состояния поверхности; наименование и последовательность выполнения операций; дополнительные указания.

Табл. 2 содержит следующие рубрики: вид покрытий; наименование и последовательность выполнения операций.

5.2.2. Технологические операции нанесения покрытий на пластмассы

Общие требования к деталям и покрытиям, основные параметры операций получения электропроводного покрытия или подслоя никеля, меди и сульфидов меди установлены в ГОСТ 9.313–89.

Требования распространяется на металлические и неметаллические неорганические покрытия, получаемые на пластмассовых деталях химическим осаждением электропроводного покрытия или подслоя для последующего нанесения электрохимического покрытия для придания пластмассовым деталям специальных свойств и декоративного вида.

Стандарт включает технические требования к деталям и покрытиям, нанесенным химическим (электропроводный подслой) и электрохимическим способами.

В стандарте приведены требования, предъявляемые к изделиям, интервал толщин, минимальная толщина покрытий, приведены технологические карты (таблицы), в которых указаны операции технологических процессов получения электропроводного подслоя.

5.3. Методы контроля качества покрытий

5.3.1. Контроль качества покрытий на металлических поверхностях

Методы контроля металлических покрытий распространяются на покрытия, получаемые электрохимическим, химическим и горячим (оловянные и сплавы олова) способами (в соответствии с ГОСТом 9.302–88).

Описаны следующие методы контроля:

внешнего вида покрытий;

толщины покрытий; пористости покрытий;

прочности сцепления покрытий;

химического состава покрытий;

маслоемкости покрытий;

защитных свойств покрытий;

наполнения анодно-оксидных покрытий на алюминии и его сплавах;

функциональных свойств покрытий;

внутренних напряжений электрохимических покрытий;

относительного удлинения никелевого покрытия.

Качество покрытий контролируют на наружной поверхности детали, на доступных участках, не имеющих накатки, удаленных от ребер, углов, резьбы, отверстий, мест контакта с монтажным приспособлением, паяных и сварных швов.

Необходимость проведения контроля на внутренних и труднодоступных поверхностях деталей оговаривается в технической документации на изделие.

Перечисленные выше методы контроля подробно рассмотрены в ГОСТ 9.302–88.

Контроль внешнего вида покрытий

Дефекты поверхности покрытий выявляют внешним осмотром.

Методы контроля применимы для деталей любой формы и любых габаритных размеров. В ГОСТ 9.302–88 описаны правила осмотра деталей невооруженным глазом, правила оценки качества внешнего вида покрытий. Допускается оценивать на соответствие вид покрытий образцам – эталонам (по согласованию с заказчиком).

Контроль толщины покрытий

Контроль осуществляют неразрушающими или разрушающими методами. К неразрушающим методам относятся:

1) магнитные: магнитоотрывной, магнитостатический (метод магнитного потока), магнитоиндукционный, метод вихревых токов;

2) радиационные методы: метод обратного рассеяния бета-излучения, рентгенофлюоресцентный;

3) термоэлектрический;

4) оптический.

К разрушающим методам относятся:

5) гравиметрический;

6) аналитический;

7) профилометрический;

8) металлографический;

9) кулонометрический;

10) методы струи: электроструйный, струйно-периодический, струйно-объемный;

11) метод капли.

1. Магнитные методы

Эти методы применяют при условии, что значение шероховатости поверхности основного металла и покрытия R_a меньше толщины покрытия.

1.1. Магнитоотрывной метод

Суть метода: измеряют силу отрыва постоянного магнита или сердечника электромагнита от контролируемой поверхности, которая зависит от толщины покрытия.

Метод применяют для неферромагнитных покрытий на деталях из ферромагнитных металлов при толщине покрытия до 1000 мкм и для ферромагнитных покрытий на деталях из неферромагнитных металлов при толщине покрытия до 25 мкм.

Относительная погрешность метода ±10%.

1.2. Магнитостатический метод

Суть метода: регистрируют магниточувствительными элементами изменения напряженности магнитного поля в цепи электромагнита постоянного тока или постоянного магнита при изменении расстояния между ним и основным металлом детали из-за наличия прикрытия.

Метод применяют для неферромагнитных металлических и неметаллических покрытий и гальванических никелевых покрытий на ферромагнитных металлах.

Относительная погрешность метода: ±10%.

1.3. Магнитоиндукционный метод

Суть метода: определяют изменения магнитного сопротивления участка цепи преобразователь – контролируемая деталь, зависящие от толщины покрытия, по ЭДС, наводимой в измерительной обмотке преобразователя, питающегося переменным током низкой частоты.

Метод применяют для неферромагнитных металлических и неметаллических покрытий на ферромагнитных металлах.

Относительная погрешность метода ±5%.

1.4. Метод вихревых токов

Суть метода: регистрируют взаимодействия собственного электромагнитного поля преобразователя с электромагнитным полем вихревых токов, наводимых этим преобразователем в детали и зависящих от электрофизических и геометрических параметров основного металла и покрытия.

Метод применяют для неэлектропроводящих покрытий на неферромагнитных металлах и для электропроводящих покрытий на неферромагнитных и ферромагнитных металлах.

При контроле толщины неэлектропроводных покрытий на деталях из неферромагнитных металлов метод применяют при условии, что значение шероховатости поверхности основного металла и покрытия R_a меньше толщины покрытия.

При контроле толщины электропроводных покрытий на деталях из неферромагнитных металлов метод наиболее эффективен при условии, что удельные электрические проводимости основного металла и покрытия различаются не менее, чем в 2–3 раза.

Относительная погрешность метода ±5%.

2. Радиационные методы

2.1. Метод обратного рассеяния бета-излучения

Суть метода: измеряют интенсивность отраженного потока бета-частиц, которая определяется различием атомных номеров основного металла и покрытия и зависит от толщины покрытия.

Метод применяют для металлических и неметаллических покрытий на металлах при условии, что разность атомных номеров основного металла и материала покрытия не менее трех единиц.

Относительная погрешность метода ±10%.

2.2. Рентгенофлюоресцентный метод

Суть метода: оценивают возбужденное с помощью радиоизотопного источника рентгеновское излучение, зависящее от основного металла, материала покрытия и его толщины.

Метод применяют для металлических и неметаллических покрытий на металлах.

При контроле металлических покрытий метод эффективен при толщине покрытия до 25 мкм.

Относительная погрешность метода ±10%.

3. Термоэлектрический метод

Суть метода: измеряют значения термо-ЭДС, возникающей под действием тепла в детали и обусловленной различием термоэлектрических свойств и теплопроводностей основного металла и покрытия и зависящей от толщины покрытия.

Метод применяют для металлических покрытий на металлах при толщине покрытия до 50 мкм и разности удельных термо-ЭДС не менее 20 мкВ/град.

Относительная погрешность метода ±15%.

4. Оптический метод

Суть метода: регистрируют параметры оптического излучения, взаимодействующего с контролируемой деталью.

Метод применяют для покрытий с коэффициентом отражения не менее 0,3.

Толщину прозрачных или полупрозрачных анодно-оксидных покрытий на алюминии и его сплавах измеряют по ГОСТ 9.031–74.

Относительная погрешность метода ±5%.

5. Гравиметрический метод

Суть метода: массу покрытия определяют взвешиванием деталей на аналитических весах до и после нанесения покрытия или до и после растворения покрытия или основного металла.

Метод применяют для определения средней толщины однослойных покрытий с известной плотностью на деталях, массу которых можно определить на аналитических весах с классом точности не ниже 2,0.

Относительная погрешность метода ±10%.

Порядок и условия проведения испытаний, приведены реактивы для снятия покрытий, даны формулы для определения средней толщины покрытия приведены в ГОСТ 0.302–88.

6. Аналитический метод

Суть метода: массу снятого покрытия определяют в растворе методами количественного анализа.

Метод применяют для определения толщины поимущественно однослойных металлических покрытий, площадь поверхности которых известна.

Метод не применяют для покрытий, плотность которых неизвестна.

Массу металла покрытий оценивают методами количественного анализа.

Среднюю толщину покрытия вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 9.302–88. см. п. 3.5.

Относительная погрешность метода ±10%.

7. Профилометрический метод

Суть метода: уступ, образованный краем покрытия с основным металлом, измеряют с помощью металлографических микроскопов.

Метод применяют для однослойных покрытий, если значение шероховатости основного металла R_a не превышает 25% толщины покрытия.

Относительная погрешность метода ±10%.

Условия проведения испытаний, формулы для расчета толщины покрытий описаны в ГОСТ 9.302–88.

8. Металлографический метод

Суть метода: толщину покрытия измеряют на металлографическом шлифе поперечного разреза образца (детали) при увеличениях до 1000 крат.

Метод применяют для однослойных и многослойных покрытий толщиной более 5 мкм.

Относительная погрешность метода ±10%.

В приложении 6 ГОСТ даны подробные описания способов изготовления шлифов и измерения толщины покрытий.

9. Кулонометрический метод

Суть метода: количество электричества, необходимого для анодного растворения покрытия, определяют на ограниченном участке под действием стабилизированного тока в соответствующем электролите.

Метод применяют для однослойных и многослойных покрытий (послойно) толщиной от 0,2 до 50 мкм. Толщину измеряют с помощью кулонометрических толщиномеров различных конструкций.

Составы электролитов для кулонометрического определения толщины покрытий приведены в табл. 3 ГОСТа, а их приготовление – в приложении 4 ГОСТ описаны условия проведения испытаний.

Относительная погрешность метода ±10%.

10. Методы струи

Суть методов: определяют скорость растворения покрытия под действием струи раствора, вытекающей с определенной скоростью.

Методы используют для однослойных и многослойных покрытий (послойно) на поверхностях, обеспечивающих стекание растворов.

Растворы, применяемые при определении толщины покрытий методами струи, приведены в табл. 4 ГОСТа, в которой показаны различные концентрации растворов для определенных видов покрытий в сочетании с различными металлами, а их (растворов) приготовление – в приложении 4 ГОСТ. Там же описаны условия проведения испытаний.

10.1. Электроструйный метод

Измерения проводят на установке, состоящей из капельной воронки с краном (рис. 111). Подробное описание ее устройства и работы на ней, условия проведения измерений даны в ГОСТ 9.302–88.

Относительная погрешность метода ±10%.

10.2. Струйно-периодический метод

При проведении измерений применяют установку, показанную на рис. 111, но без электрической схемы.

В ГОСТ 9.302–88 дано описание условий проведения измерений для однослойных и многослойных покрытий. Толщины покрытий вычисляют по приведенным в описании формулам.

Относительная погрешность метода ±10%.

10.3. Струйно-объемный метод

В ГОСТ 9.302–88 описаны приспособления для проведения измерений, условия их проведения, формулы расчетов для различных покрытий из разных металлов, приведены составы реактивов.

11. Метод капли

Суть метода: покрытия растворяют соответствующим раствором, наносимым на поверхность каплями и выдерживаемым в течение определенного промежутка времени.

Метод применяют для однослойных и многослойных покрытий (послойно).

Условия проведения испытаний, составы реактивов и их приготовление для различных покрытий на разные металлы, признаки окончания измерений, формулы расчетов толщины покрытий описаны в ГОСТ 9.302–88. При измерении многослойных покрытий отдельно подсчитывают количество капель, израсходованных на растворение каждого слоя.

Относительная погрешность метода ±30%.

Выбор неразрушающего или разрушающего метода контроля толщины покрытия в зависимости от вида покрытия и материала детали изложен в приложениях 1 и 2 ГОСТ 9.302–88.

Приборы, применяемые для контроля толщины покрытия, описаны в приложении 3 того же ГОСТа, где указаны их наименования и типы (толщиномеры различных типов и марок), технические характеристики: диапазон и погрешность измерений, величина шероховатости поверхности при различной толщине покрытия, вид индикации. Там же указана область применения каждого типа толщиномера. Допускается применять неразрушающие методы контроля, не предусмотренные в ГОСТ 9.302–88, но соответствующие ГОСТ 18353–79.

Контроль пористости покрытий

Суть методов: окрашивание реагентом участков с порами в зонах взаимодействия основного металла и металла с подслоем с образованием окрашенных соединений.

Методы применяют для контроля пористости медных, никелевых, хромовых, оловянных, серебряных покрытий и покрытий сплавами олова на деталях из стали.

Порядок подготовки деталей, составы реагентов и формулы, по которым вычисляют число пор на единице поверхности, приведены в ГОСТ 9.302–88.

Метод погружения

Суть метода: деталь погружают в реагент и выдерживают в течение 5 мин при температуре 18–30 °С. На контролируемой поверхности появляются синие точки (поры, заполненные реагентом), которые затем подсчитывают. Число синих точек соответствует числу пор.

Метод наложения фильтровальной бумаги

Суть метода: на подготовленную деталь накладывают фильтровальную бумагу, смоченную реагентом. После выдержки в течение 5 мин бумагу снимают, высушивают, обрабатывают в химических реактивах, приведенных в ГОСТ 9.302–88. Оставшиеся на бумаге пятна разного цвета, зависящие от состава покрытий – следы пор, подсчитывают по формулам, приведенным в п. 4.

Метод паст

Суть метода: на поверхность покрытия наносят пасту приведенного в ГОСТ 9.302–88 состава, выдерживают 5 мин и подсчитывают синие точки, являющиеся следами пор.

Электрохимический метод контроля пористости и наличия микротрещин хромовых покрытий

Суть метода: медь электрохимически осаждают на основном металле или подслое в местах пор и трещин в покрытии. Для подсчета пор используют микрофотографирование при увеличениях от 100 крат и более.

Описаны технология проведения испытаний, составы реактивов, катодная плотность тока, температура и продолжительность обработки.

Контроль прочности сцепления покрытий

Суть методов: методы основаны на различии физико-механических свойств металла покрытия и основного металла.

В ГОСТ 9.302–88 приведена таблица, по которой выбирают метод контроля прочности сцепления с учетом свойств основного металла и металла покрытия, типа и назначения детали.

Для контроля применяют оборудование и приспособления различных типов (полировальные и крацевальные станки, муфельные печи, тиски и т.п.).

Метод полирования

Применяют для твердых покрытий толщиной до 30 мкм. В ГОСТ 9.302–88 приведены материалы для полирования, время и скорость полирования.

После полирования на контролируемой поверхности не должно быть вздутий или отслаивания покрытия.

Метод крацевания

Применяют для покрытий толщиной не более 20 мкм. В ГОСТ 9.302–88 приведены виды и материал щеток для различных покрытий, частота их вращения и время крацевания.

После крацевания на контролируемой поверхности не должно быть вздутий или отслаивания покрытия.

Метод изгиба

Суть метода: образец (деталь) с покрытием изгибают вручную или плоскогубцами под углом 90° в одну сторону, затем в другую, повторяя изгибы до излома. Место излома должно быть без отслаивания покрытия.

Применяют для покрытий на деталях, изготовленных из материала толщиной или диаметром не более 3 мм.

Метод навивки

Суть метода: проволоку диаметром до 1 мм навивают на стержень утроенного размера, диаметром более 1 мм – на проволоку того же диаметра так, чтобы образовалось не менее трех витков с сохранением расстояния между витками, равного диаметру проволоки.

Метод применяют для контроля прочности сцепления покрытий на проволоке.

После навивки покрытие должно быть без отслаивания покрытия.

Метод растяжения

Суть метода: выпрямление пружин с диаметром проволоки до 1 мм включительно и растяжение пружины более диаметром 1 мм на двойную длину.

После выпрямления или растяжения покрытие должно быть без отслаивания.

Метод применяют для покрытий на пружинах.

Метод нанесения сетки царапин (метод рисок)

Суть метода: на поверхность контролируемого покрытия острием наносят сетки рисок.

Метод применяют для покрытий толщиной не более 20 мкм.

Правила нанесения рисок и твердость материала острия приведены в ГОСТ 9.302–88.

После визуального контроля покрытие должно быть без отслаивания между линиями рисок.

Метод нагрева

Суть метода: детали (образца) с покрытием нагревают до определенной температуры, указанной в таблице ГОСТ 9.302–88, выдерживают в течение определенного времени и охлаждают на воздухе.

Метод применяют для покрытий на любых деталях, кроме имеющих паяные соединения, выполненные низкотемпературными припоями.

После контроля покрытие должно быть без вздутий или отслаивания.

Метод изменения температур

Суть метода: детали (образца) с покрытием нагревают до определенной температуры, указанной в таблице ГОСТ 9.302–88,

выдерживают в течение определенного времени и быстро охлаждают погружением в воду.

Метод применяют для покрытий на любых деталях, кроме имеющих паяные соединения, выполненные низкотемпературными припоями.

После контроля покрытие должно быть без вздутий или отслаивания.

Метод опиловки

Суть метода: образцы зажимают в тисках и опиливают по срезу напильником с набором мелких зубьев.

Контролируют образцы, вырезанные из детали перпендикулярно к поверхности покрытия, с определенной площадью поперечного сечения. Опиловку проводят по определенным правилам.

Метод применяют для покрытий толщиной более 5 мкм.

После контроля не должно быть отслаивания покрытия.

Метод выдавливания (штамповки)

Контроль прочности сцепления покрытий этим методом осуществляют по ГОСТ 10510–80.

После контроля покрытия должны быть без шелушения и отслаивания.

Метод протирания

Суть метода: поверхность покрытия протирают белой бумагой или карандашной резинкой в течение определенного времени.

Контроль проводят не ранее чем через 24 ч после хроматирования.

После контроля цвет пленки должен оставаться без изменения или ее следует удалить с покрытия.

Контроль химического состава покрытий

Массовую долю компонентов покрытия контролируют методами химического или физико-химического анализа.

Суть методов: покрытие получают на образцах – свидетелях, затем его снимают механическим способом для проведения анализа.

В ГОСТ 9.302–88 подробно описаны порядок и последовательность проведения анализа для различных покрытий, состав и технология приготовления растворов. Приведена аппаратура и формулы расчета массовых долей компонентов покрытия.

Контроль маслоемкости покрытий

Суть метода: определяют количество масла, адсорбированного покрытием. Образец с покрытием взвешивают, погружают в масло, нагретое до заданной для каждого покрытия температуры, выдерживают в нем определенное время, затем извлекают и повторно взвешивают.

Формулы определения маслоемкости покрытий приведены в ГОСТ 9.302–88.

Контроль защитных свойств металлических покрытий

Контроль защитных свойств металлических покрытий проводится по ГОСТ 9.308–85.

Результаты испытаний оценивают по ГОСТ 9.311–87.

Контроль наполнения анодно-оксидных покрытий на алюминии и его сплавах

1. Методы окрашивания (в том числе методы погружения, капли)

Суть метода: изменение цвета покрытия определяют в растворе красителя.

Требования к подготовке поверхности образцов должны соответствовать ГОСТ 9.302–88 п. 1.

2. Метод определения разности масс

Суть метода: потери массы определяют при травлении в испытательном растворе.

Реактивы, режимы испытания, порядок их проведения и формулы расчета потери массы покрытия даны в приложении 9 ГОСТ 9.302–88.

Контроль функциональных свойств покрытия

1. Контроль микротвердости

Проводится в соответствии с ГОСТ 9450–76.

2. Контроль переходного электрического сопротивления

Суть метода: измеряют переходное электрическое сопротивление точечного контакта металлического образца с контролируемым покрытием и эталонного электрода.

Приведены данные о приспособлениях для проведения измерений, материале эталонного электрода, порядок расчетов величины переходного электрического сопротивления.

3. Контроль паяемости

Проводится по ГОСТ 20.57.406–81.

4. Контроль электрического пробивного напряжения

Суть метода: измеряют электрическое напряжение, изменяющееся в зависимости от толщины покрытия.

Метод применяют для оценки изоляционных свойств анодно-оксидных покрытий на алюминии и его сплавах. В ГОСТ 9.302–88 указан порядок испытаний и измерений.

5. Контроль отражающей способности покрытий

Суть метода: четкость отражения поверхностью покрытия определяют с помощью помещенной перед ней сеткой или рисунком.

Описаны порядок и приспособления для контроля, оценка результатов испытаний.

Определение внутренних напряжений металлических электрохимических покрытий

Суть метода: длину образца в металлических электрохимических покрытиях измеряют в течение осаждения покрытия и вычисляют внутренние напряжения 1-го рода.

В ГОСТ 9.302–88 приведены рекомендации по отбору образцов, аппаратуре и реактивам. Описаны проведение испытаний, обработка их результатов. Даны формулы расчета внутренних напряжений для плоских и проволочных образцов.

Определение относительного удлинения никелевого покрытия

Суть метода: образец изгибают вокруг оправки и измеряют удлинение покрытия.

В ГОСТ 9.302–88 приведены рекомендации по отбору образцов и порядок проведения испытаний.

Покрытие считают удовлетворительным, если после испытания не образуются трещины, проходящие поперек всей выпуклой поверхности образца.

В ГОСТ 9.302–88 приведены реактивы, материалы, контрольно-измерительная аппаратура, применяемые при контроле покрытий. Также приведены требования к технике безопасности.

5.3.2. Контроль толщины восстановительных покрытий

Методы устанавливают правила неразрушающего контроля толщины упрочняющих и восстановительных покрытий, полученных газопламенным, электродуговым, плазменным или детонационным напылением (в соответствии с ГОСТ 27750–88).

Правила распространяются на магнитные, вихретоковые, ионизирующего излучения и термоэлектрические методы контроля толщины покрытий.

Магнитные методы

Суть: методы основаны на регистрации магнитного сопротивления или силы отрыва магнита от поверхности изделия в зависимости от толщины покрытия.

1. Метод магнитного потока применяют для измерения толщины покрытий на основах из ферромагнитных материалов.

Относительная погрешность метода ±10%.

2. Индукционный метод применяют для измерения толщины неферромагнитных металлов и немагнитных покрытий на основах из ферромагнитных металлов. Относительная погрешность метода ±4%.

3. Пондеромоторный метод применяют для измерения толщины металлических и неметаллических покрытий на основах из ферромагнитных металлов.

Относительная погрешность метода ±10%.

Метод вихревых токов

Суть: метод основан на регистрации изменения взаимодействия собственно магнитного поля катушки с электромагнитным полем, наводимым этой катушкой в изделии с покрытием.

Метод применяют для измерения толщины электропроводных и неэлектропроводных покрытий на основах из ферромагнитных и неферромагнитных материалов.

Относительная погрешность метода ±5%.

Метод ионизирующего излучения

Суть: метод основан на измерении интенсивности обратного рассеяния бета-излучения в зависимости от толщины покрытия или на регистрации и анализе спектра рентгеновского излучения материала покрытия и основы, возбужденного с помощью радиоизотопного источника.

Относительная погрешность метода ±5%.

Термоэлектрический метод

Суть: метод основан на регистрации разности напряжений, возникающих под действием тепла, между основным металлом и металлическим покрытием, обусловленной различием их масс и теплопроводности в зависимости от толщины покрытия.

Метод применяют для измерения толщины никелевых покрытий на деталях из сталей, меди, титана и их сплавов. Относительная погрешность метода ±15%.

Выбор метода неразрушающего контроля, допустимые значения толщины покрытий, объемы и места контроля устанавливают в конструкторской и технологической документации.

В зависимости от требований к контролю толщины покрытий применяют аппаратуру, осуществляющую измерение по одному из вариантов:

определение конкретного значения толщины покрытия;

индикация результатов измерения в форме сообщения «толщина покрытия соответствует заданному допуску».

Аппаратура должна обеспечивать измерение толщины покрытия с погрешностью, не превышающей значений, указанных выше.

5.3.3. Контроль качества покрытий на пластмассах

Методы контроля качества металлических и неметаллических неорганических покрытий на пластмассах приведены в соответствии с ГОСТ 9.313–89.

Контроль загрязненности поверхности пластиков АБС и полиолефинов перед травлением

Суть метода: выявление визуальным путем появления на очищенной поверхности коричневого слоя диоксида марганца при нанесении испытательного раствора на поверхность образца (детали).

Описана последовательность проведения операции контроля.

Контроль качества покрытия, нанесенного химическим способом (электропроводный подслой).

Суть метода: визуальный промежуточный контроль качества покрытия (электропроводного подслоя) и проверка его электросопротивления электроизмерительными комбинированными приборами любой конструкции.

Контроль качества покрытий, нанесенных электрохимическим способом.

Контроль внешнего вида и толщины покрытий проводится в соответствии с ГОСТ 9.302–88.

Суть метода: прочность сцепления покрытий контролируют методами отслаивания или отрыва, а также методом нанесения сетки царапин (в соответствии с ГОСТ 9.302–88).

Контроль стойкости изделия с электрохимическим покрытием к перепаду температур.

Суть метода: изделие с электрохимическим покрытием подвергают определенному циклу термических испытаний, затем визуально определяют его качество.

Контроль коррозионной стойкости покрытия

Суть метода: проведение ускоренных коррозионных испытаний в соответствии с ГОСТ 9.308–85.

После проведения испытаний рабочая поверхность должна быть без видимых пятен зеленого или бурого цвета. Допускается равномерное потускнение.

Результаты испытаний оценивают в соответствии с ГОСТ 9.311–87.

Требования техники безопасности и токсикологические характеристики применяемых вредных веществ подробно изложены в ГОСТ 12.3.008.

В приложениях к ГОСТ 9.313–89 приведены следующие сведения:

термины и пояснения к ним;

перечень пластмасс, применяемых для нанесения покрытий;

основные схемы технологических процессов нанесения покрытий;

приготовление и корректирование растворов;

основные неполадки в технологическом процессе нанесения покрытий и методы их устранения;

перечень материалов, применяемых при нанесении покрытий.

5.3.4. Контроль качества термических покрытий

Контроль термодиффузионных цинковых покрытий на крепежных и других мелких изделиях

Методы контроля устанавливают общие требования к защитным цинковым покрытиям, наносимым термодиффузионными способами в порошковых смесях (в соответствии с ГОСТ Р 51163–98).

Наносятся на крепежные и другие мелкие изделия из углеродистой и низколегированной стали, в том числе повышенной прочности, а также из чугуна и меди.

Покрытию подлежат в основном детали и узлы: прессованные, кованые, литые, механически обработанные (гайки, шайбы, цепи и др.). Допускается наносить покрытия на длинномерные детали (трубы, прутки и др.) при наличии соответствующего технологического оборудования.

В ГОСТ приведены требования к конструкции изделий, к деталям, подлежащим цинкованию, к материалу и поверхности основного металла, степени очистки поверхности, а в ГОСТ 9.303–84 – 9.402–80 к покрытиям: их внешнему виду, толщине, техническим характеристикам.

Подробно описаны требования к контролю качества основного металла и покрытий, а также порядок его проведения.

Контроль включает в себя следующие методы:

Контроль внешнего вида покрытий

Суть метода: выявляют дефекты поверхности покрытий внешним осмотром. Правила осмотра деталей должны соответствовать требованиям ГОСТ 9.302–88.

Контроль толщины покрытия

1. Магнитный метод.

Суть метода: измерения магнитного сопротивления регистрируют в зависимости от толщины покрытия.

В качестве измерительных приборов используют магнитные толщиномеры.

Относительная погрешность метода ±10%.

2. Металлографический (арбитражный) метод

Суть метода: толщину покрытия измеряют на поперечном шлифе металлографическими микроскопами различных типов.

Описаны порядок и условия приготовления шлифов, проведения измерений.

Относительная погрешность метода ±2%.

3. Гравиметрический метод

Суть метода: образцы-свидетели взвешивают до и после нанесения или до и после снятия покрытий растворением в ингибированной кислоте (в соответствии с ГОСТ 9.302–88).

Относительная погрешность метода ±10%.

Упаковка, транспортирование и хранение изделий с покрытиями производится в соответствии с ГОСТами 15150–69, 18160–72.

В приложении А к ГОСТ Р 51163–98 приведены характеристики видов цинковых покрытий, технология их нанесения, условия эксплуатации (в соответствии с ГОСТ 9.303–84) и скорость коррозии, мкм/год, в зависимости от технологии получения покрытий.

В приложении Б к ГОСТ Р 51163–98 указаны требования к коррозионной стойкости термодиффузионного цинкового покрытия против

воздействия соляного тумана (в соответствии с ГОСТ 9.308–85), характеризуемого минимальным временем до появления ржавчины.

Контроль цинковых покрытий на стальной проволоке

Методы устанавливают требования к массе и качеству покрытий, правила отбора образцов и проведения испытаний цинковых покрытий (в соответствии с ГОСТ Р 50575–93 с учетом ИСО 7989–88).

Распространяются на покрытия, нанесенные на стальную проволоку круглого поперечного сечения.

Суть методов: покрытие наносят погружением проволоки в ванну с расплавленным цинком или осаждением из водных растворов солей цинка, или другими способами, обспечивающими защиту от коррозии.

В ГОСТ Р 50575–93 Приведены следующие требования к покрытиям:

масса покрытия: минимальная масса цинка на единицу площади поверхности должна удовлетворять требованиям, приведенным в табл. 1 ГОСТа для соответствующих групп покрытий;

внешний вид покрытия: поверхность покрытия должна быть гладкой и равномерной, без трещин и пропусков, видимых без увеличительных приборов;

специальная чистовая отделка поверхности проводится по согласованию с потребителем;

адгезия покрытия проверяется различными методами в соответствии с ГОСТ 9.302–88.

Массу цинкового покрытия на единицу площади поверхности определяют *разрушающими методами*.

Объемно-газометрический метод

Суть метода: цинковое покрытие образца проволоки растворяют в смеси ингибированных серной и соляной кислот.

Массу цинка, растворенную таким образом, определяют измерением объема водорода, выделившегося при растворении покрытия. Массу цинка, осажденную на единицу поверхности, определяют отношением его массы к площади поверхности испытуемого образца, измеренной после растворения покрытия.

Гравиметрический (весовой) метод

Суть метода: цинковое покрытие определенной площади растворяют в ингибированной кислоте. Потерю массы из-за растворения покрытия определяют взвешиванием испытуемого образца до и после удаления покрытия.

В ГОСТ Р 50575–93 для обоих методов приведены реактивы и средства измерения (с соответствующими ГОСТами), методики проведения испытаний, обработка результатов и формулы вычисления массы покрытия на единицу площади поверхности.

Относительная погрешность методов до ±10%.

Для проведения испытаний на адгезию, определения внешнего вида покрытия применяют *неразрушающие методы контроля*

Испытание на адгезию

Суть метода: производят спиральную навивку проволоки с покрытием не менее чем шестью плотными витками вокруг цилиндрической оправки диаметром, равным указанному в таблице ГОСТ Р 50575–93 и зависящим от диаметра проволоки. Указаны правила и методика испытаний.

Контролируют сплошность и равномерность цинкового покрытия.

Метод погружения

Суть метода: образцы оцинкованной проволоки погружают в раствор серно-кислой меди с последующим визуальным осмотром сплошности и равномерности поверхности цинкового покрытия.

Приведены составы растворов, технология и порядок проведения испытаний, а также таблицы зависимости количества испытуемых образцов от номинального диаметра проволоки.

По результатам испытаний образцы осматриваются визуально. Качество их определяют по цвету поверхности отдельных участков.

Контроль качества цинковых покрытий на стальной проволоке неразрушающими методами проводят в соответствии с ГОСТ 9.302–88 по согласованию с потребителем в установленном порядке.

Контроль горячих цинковых покрытий

Общие требования к защитным покрытиям, нанесенным методом горячего цинкования, установлены в ГОСТ 9.307–89 с учетом ИСО 1461–89.

ГОСТ распространяется на конструкционную сталь, в том числе повышенной прочности, стальные конструкции, изделия из фасонного проката и листовой стали, комплекты труб, в том числе большого диаметра, изогнутые или сваренные до нанесения покрытия, контейнеры, изделия из стальной проволоки, крепежные изделия, стальные и чугунные отливки, поковки, штамповки.

Не распространяется на покрытия, нанесенные непрерывным способом.

В ГОСТ 9.307–89 приведены и описаны:

требования к основному металлу (к конструкции изделий, подлежащих цианированию, к поверхности основного металла и т.д.);

требования к покрытию (его внешнему виду, толщине, прочности сцепления);

требования к контролю основного металла, качества покрытия и правила контроля (входной контроль качества металла, внешнего вида покрытий, их толщины, прочности сцепления).

Приведены следующие методы контроля:

статистического контроля по ГОСТ 18242–

металлографического контроля;

контроля толщины;

контроля прочности сцепления (метод нанесения сетки царапаньем, метод нагрева, метод удара поворотным молотком);

контроля состава ванны горячего цинкования.

Контроль горячих алюминиевых покрытий

Общие требования к защитным алюминиевым покрытиям, нанесенным методом погружения в расплав, на строительные конструкции и их элементы, проволоку и крепежные изделия из термически необработанной углеродистой и низколегированной стали, стальные и чугунные отливки, поковки, штамповки, а также требования к основному металлу и методам контроля качества покрытий должны соответствовать ГОСТ 9.315–91.

ГОСТ не распространяется на покрытия, нанесенные непрерывным способом на листовой прокат.

ГОСТ 9.315–91 регламентирует требования к изделиям, к поверхности основного металла и материалу покрытия, внешнему виду и толщине покрытий, прочности сцепления покрытий с основным металлом, оговаривает требования к контролю основного металла и качества (внешнего вида, толщины, прочности сцепления) покрытий.

Приведены рекомендуемые методы контроля:

контроль внешнего вида покрытий (контролируется визуально по ГОСТ 9.302–88);

контроль толщины покрытия магнитным и металлографическим (арбитражный) методами по ГОСТ 9.302–88;

контроль прочности сцепления покрытий: методы нагрева, навивки и удара поворотным молотком (по ГОСТ 9.307–89);

контроль химического состава покрытий (по ГОСТ 19251.1 – 19251.3, ГОСТ 19251.5–79);

Контроль газотермических покрытий

Газотермические покрытия из цинка, алюминия и их сплавов предназначены для защиты от коррозии стали и чугуна.

Методы устанавливают правила контроля и общие требования к поверхности основного металла, к их покрытиям (в соответствии с ГОСТ 9.304–87).

В этом стандарте описаны общие требования к покрытиям и металлам основы. Приведены:

классификация и обозначение;

правила обозначения покрытий;

способ нанесения покрытий;

материал покрытий и количество слоев;

толщина покрытия;

класс покрытия;

требования к поверхности основного металла (качество поверхности, отсутствие ржавчины, окалины и других загрязнений, отсутствие деформации);

требования к покрытиям (внешний вид, шероховатость, толщина, прочность сцепления, пористость, коррозионная стойкость и др.);

требования к технологии газотермического напыления;

требования к используемым материалам.

Изложены следующие методы контроля:

поверхности основного металла;

газотермического напыления;

покрытий.

В приложении к ГОСТ 9.304–87 даны таблицы рекомендуемых минимальных толщин покрытий для различных условий эксплуатации и для различных металлов при работе изделий в условиях переменного или постоянного погружения в различные среды.

Приведены рекомендуемые методы испытания покрытия на отрыв и определение открытой пористости покрытий гидростатическим методом.

Суть метода испытания на отрыв: равномерный отрыв покрытия, нанесенного на торец образца, который склеивают с контробразцом без покрытия. Применяется для толщин покрытия не менее 0,2 мм.

Указаны технология приклеивания, состав клеев, испытательные машины, порядок проведения испытаний, обработка и оценка результатов.

Суть метода определения открытой пористости покрытий гидростатическим методом: метод основан на измерении массы образца на воздухе и в воде. Для определения открытой пористости образцы взвешивают на воздухе, затем вакуумируют и вновь взвешивают в воде и на воздухе с определением открытой пористости. Вычисляют пористость в процентах по приведенным формулам.

Образцы для испытаний могут иметь любую форму.

Требования к методам регламентированы ГОСТ 9.304–87 (см. Приложение 3 к этому ГОСТу.

Открытую пористость определяют на покрытиях толщиной не менее 100 мкм.

5.3.5. Контроль анодно-оксидных покрытий на полуфабрикатах из алюминия и его сплавов

Общие требования к поверхности основного металла, покрытиям и методы контроля качества покрытий алюминия и его сплавов должны соответствовать ГОСТ 9.031–74.

Они распространяются на защитные и защитно-декоративные анодно-оксидные покрытия, наносимые на поверхность полуфабрикатов из алюминия и деформируемых алюминиевых сплавов и изделий из них в случаях, когда исходная поверхность сохраняется или частично обрабатывается для улучшения внешнего вида полуфабрикатов.

Постоянной защите и защитно-декоративной отделке подвергаются полуфабрикаты из алюминия марок АД0, АД1 и алюминиевых сплавов марок АМц, АМг0,5, АМг2, АМг4, АД31, АД35, 1915, 1935.

Временной защите подвергаются полуфабрикаты из алюминия и его сплавов всех марок.

Требования к поверхности основного металла перед нанесением покрытий должны соответствовать требованиям ГОСТ 9.301–86.

В таблице «Минимальная толщина анодно-оксидных покрытий полуфабрикатов из алюминия и его сплавов» ГОСТ 9.031–74 указаны обозначения покрытий по ГОСТ 9.306–85, их назначение, категории размещения изделий по ГОСТ 15150–69.

На поверхность основного металла наносятся бесцветные или цветные покрытия. Цветные покрытия получают следующими способами:

непосредственно при анодном окислении в электролитах с органическими кислотами (по методу Аноцвет 350);

обработкой бесцветных анодно-оксидных покрытий в растворах солей металлов при переменном токе (по методу Аноцвет 351);

обработкой бесцветных анодно-оксидных покрытий в растворах красителей (по способу адсорбционного окрашивания).

Выбор способа получения цветных покрытий определяется условиями эксплуатации:

при эксплуатации на открытом воздухе применяют покрытия, полученные методами Аноцвет 350 и Аноцвет 351;

при эксплуатации в закрытых помещениях используют цветные покрытия, полученные любым из указанных способов.

Требования к качеству анодно-оксидных покрытий (внешний вид, толщина, степень наполнения и защитные свойства) должны соответствовать требованиям ГОСТ 9.301–86.

Контроль толщины покрытий для временной защиты допускается не проводить, а обеспечивать правильностью выполнения технологического процесса.

Внешний вид покрытий контролируют по ГОСТ 9.302–88.

Толщину анодно-оксидных покрытий контролируют вихретоковым, гравиметрическим и металлографическим методами по ГОСТ 9.302–88.

В приложениях к ГОСТ 9.031–74 описаны следующие методы контроля.

Определение толщины анодно-оксидной пленки методом светового сечения

Суть метода: толщину покрытия определяют измерением расстояния между изображениями световых потоков (световой щели), отраженных от поверхности покрытия и поверхности основного металла под покрытием.

Толщину покрытия определяют на образцах или непосредственно на полуфабрикатах, поверхность которых механически обработана перед нанесением покрытия.

В соответствии с ГОСТ 8074–82 описан порядок проведения измерений на металлографических микроскопах.

Контроль степени наполнения анодно-оксидных покрытий методом капли

Суть метода: степень наполнения анодно-оксидного покрытия определяют визуальным контролем наличия на поверхности покрытия масляных или окрашенных пятен, возникающих в результате адсорбции масла или красителя в порах покрытия.

Описаны аппаратура (капельница), реактивы и растворы (с соответствующими ГОСТами), применяемые при проведении контроля, порядок проведения и обработка результатов испытаний.

Контроль степени наполнения анодно-оксидных покрытий методом потери массы при обработке в кислых растворах

Суть метода: потерю массы покрытия определяют при обработке в кислых растворах. Ненаполненные покрытия быстро растворяются, а качественно наполненные слои оксида алюминия выдерживают обработку в кислых растворах без разрушения покрытия вследствие образования моногидрата оксида алюминия.

Описан порядок отбора образцов, используемая аппаратура, реактивы и растворы с указанием соответствующих ГОСТов. Указан порядок подготовки к испытаниям, их проведение и обработка результатов.

Контроль защитных свойств анодно-оксидных покрытий

Суть метода: образцы периодически погружают в испытательный раствор или воздействуют на них соляным туманом того же раствора в камере в соответствии с ГОСТ 9.308–85.

Указаны порядок отбора образцов, аппаратура, реактивы и растворы (с соответствующими ГОСТами).

Описаны подготовка к испытаниям, порядок их проведения продолжительность испытаний в зависимости от толщины анодно-оксидного покрытия и обработка результатов.

Защитные свойства покрытия оценивают осмотром внешнего вида и определением площади , занятой коррозионными очагами. В ГОСТ 9.031–74 приведены схемы балльной оценки защитных свойств покрытия.

5.3.6. Контроль коррозионных поражений покрытий

Метод оценивает коррозионные поражения металлических и неметаллических неорганических покрытий на образцах и изделиях по изменению внешнего вида после коррозионных испытаний, по дефектации образцов и изделий при эксплуатации и хранении (в соответствии с ГОСТ 9.311–87).

Метод применяют при оценке защитных и декоративных свойств, допускают его применение при оценке функциональных свойств покрытий.

Суть метода: визуально определяют вид коррозионных поражений образцов и изделий с последующим измерением площади, занятой этими поражениями.

Коррозионные поражения определяют невооруженным глазом. Допускается применение лупы или других оптических средств.

Описаны материалы и измерительные инструменты для оценки коррозионных поражений (с соответствующими ГОСТами).

Поверхность материала подготавливают в соответствии с программой испытаний и требованиями стандартов на методы испытаний образцов и изделий.

В ГОСТ 9.311–87 данные по видам коррозионных поражений образцов с различными покрытиями и их условные обозначения, площади коррозионных поражений покрытий в оценочных баллах сведены в таблицы.

В приложении 1 ГОСТ 9.311–87 приведены таблицы цвета продуктов коррозии на поверхности различных металлов и сплавов, в приложении 2 – описание и оценка защитных и декоративных свойств покрытий, в приложении 3 – таблицы коэффициентов значимости видов коррозионных поражений при оценке декоративных свойств покрытий, в приложении 4 – конкретные примеры оценки декоративных и защитных свойств покрытий.

5.3.7. Контроль временной противокоррозионной защиты

Методы устанавливают правила испытаний законсервированных изделий и средств временной противокоррозионной защиты (в соответствии с ГОСТ 9.014–78).

Для описания методов испытаний используют термины в соответствии с ГОСТами 9.103–78, 5272–68, 16504–81, 17527–2003.

Средства временной противокоррозионной защиты должны отвечать требованиям ГОСТ 9.014–78 и нормативных документов на конкретный продукт.

Методы испытаний временной противокоррозионной защиты и средств консервации включают в себя:

оценку средств защиты на применяемость;

контроль применения средств защиты при консервации изделий;

оценку временной противокоррозионной защиты изделий при воздействии факторов окружающей среды, характерных при транспортировании и хранении.

Описаны виды средств временной противокоррозионной защиты и условия их применения, виды защиты (для различных металлов, от пота рук, от влаги и т.д.), характеристики защитного покрытия, образующегося на защищаемой поверхности.

Для установления срока временной противокоррозионной защиты изделий конкретного типа проводят испытания на климатических испытательных станциях в соответствии с ГОСТ 9.906–83.

В ГОСТ 9.517–2003 изложены методы испытаний средств защиты на применяемость для целей консервации – в соответствии с ГОСТами, указанными в ГОСТ Р 9.577–2003, описаны порядок отбора образцов, их подготовка и проведение испытаний.

Показатели средств защиты оценивают в соответствии с ГОСТ 9.509–89. Для этого используют метод определения способности средств временной противокоррозионной защиты к проникновению в щели (стыки).

Суть метода: две металлические пластинки длиной 150 мм накладывают одну на другую внахлест в 12 мм и наносят средство защиты (жидкость, пасту) на верхнюю кромку.

Приведена схема нахлестки металлических пластин. Описаны технология подготовки образцов, технология нанесения средств защиты, условия проведения испытаний, обработка результатов и правила оформления результатов испытаний.

Контроль осуществляют в камерах искусственной погоды по ГОСТам 23750–79, 9.906–83 и в камерах холода любого типа.

5.3.8. Ускоренные коррозионные испытания покрытий

Методы устанавливают правила и порядок ускоренных коррозионных испытаний металлических и неметаллических неорганических покрытий для получения сравнительных данных об их коррозионной стойкости и защитной способности (в соответствии с ГОСТ 9.308–85).

Общие требования к испытаниям и качеству образцов приведены в ГОСТ 9.905–82.

При испытаниях используют следующие методы контроля.

Испытания при воздействии нейтрального соляного тумана

Суть метода: коррозионный процесс ускоряют повышением температуры окружающей среды и введением в атмосферу раствора хлористого натрия.

Покрытия, наносимые на образцы, должны соответствовать требованиям ГОСТов 9.301–88, 9.304–87.

Испытания при воздействии кислого соляного тумана

Суть метода: коррозионный процесс ускоряют повышением температуры окружающей среды и введением в атмосферу кислого раствора хлористого натрия.

Испытания при воздействии кислого соляного тумана и хлорной меди

Суть метода: коррозионный процесс ускоряют повышением температуры окружающей среды и введением в атмосферу кислого раствора хлористого натрия и двухлористой меди.

Испытания «корродкот»

Суть метода: коррозионный процесс ускоряют повышением температуры окружающей среды и относительной влажности в камере и нанесением на поверхность образцов коррозионно-агрессивной пасты.

Испытания при повышенных значениях относительной влажности и температуры без конденсации влаги

Суть метода: коррозионный процесс ускоряют повышением относительной влажности воздуха и температуры без конденсации влаги.

Испытания при повышенных значениях относительной влажности воздуха и температуры с периодической конденсацией влаги

Суть метода: коррозионный процесс ускоряют повышением относительной влажности воздуха и температуры с периодической конденсацией влаги.

Испытания при непрерывном воздействии сернистого газа без конденсации влаги

Суть метода: коррозионный процесс ускоряют при воздействии сернистого газа.

Испытания при повышенных значениях относительной влажности и температуры, воздействием сернистого газа и периодической конденсации влаги.

Суть метода: коррозионный процесс ускоряют повышением относительной влажности и температуры при воздействии сернистого газа и периодической концентрации влаги.

Испытания при периодическом погружении в электролит.

Суть метода: коррозионный процесс ускоряют чередованием погружения образцов в электролит и высушивания на воздухе.

Для каждого метода указаны допускаемые и недопускаемые для испытаний материалы и покрытия на них.

Описаны аппаратура, применяемая для каждого метода, и требования к ней, реактивы и растворы (с соответствующими ГОСТами).

Указаны порядок проведения испытаний, обработки результатов испытаний, требования техники безопасности, приведены рекомендуемые формы протоколов испытаний.

В приложении к ГОСТу указаны:

методы определения дисперсности и влажности соляного тумана;

методы оценки степени коррозионного поражения покрытий на черных металлах;

метод определения концентрации сернистого газа в камере;

способы приготовления пасты для испытания по методу «корродкот».

5.3.9. Испытания на термоусталость жаростойких покрытий в газовых потоках на клиновидных образцах

Методы устанавливают правила испытаний покрытий на термоусталость при многократном воздействии неоднородных полей температур и термических напряжений в условиях повышенных температур и газового потока (в соответствии с ГОСТ 9.910–88).

Методы распространяются на жаропрочные стали и сплавы, жаростойкие стали и сплавы, жаростойкие покрытия на область циклического нагружения на базе от 10^2 до 10^5 циклов.

Не распространяются на металлические, порошковые, металлокерамические, керамические и композиционные материалы.

Определяющими являются методы испытаний на термоусталость материалов при одновременном воздействии циклической термической и длительной статической нагрузок при высокой температуре, а также при значительных эрозионных и коррозионных повреждениях.

В ГОСТ 9.910–88 приведены следующие понятия:

термическая усталость – процесс накопления повреждений, приводящих к разрушению материала при циклических термосменах от воздействия термических и структурных циклических напряжений;

термические напряжения – напряжения, возникающие при неравномерных нагревах и охлаждениях образцов, на которые наложены внешние механические связи.

Суть методов: циклическое температурное воздействие, обусловливающее возникновение в образце неоднородного поля температур, деформаций и напряжений.

Методы позволяют получать основные показатели, характеризующие сопротивление материалов и покрытий термоусталости при нестационарном нагреве (охлаждении) в газовом потоке до образования макротрещин.

Испытания проводят на образцах, имеющих форму клиновидной призмы, которые позволяют в процессе испытаний воспроизвести на кромке образца условия повреждения и разрушения материала, подверженного действию нестационарных неоднородных полей температур, термических напряжений и газового потока.

Описаны формы, размеры и качество поверхности образцов, режимы испытаний (например, тепловое нагружение – скорость нагрева, градиент температуры на кромках образца), испытательное оборудование и аппаратура, требования к ним, порядок проведения испытаний и обработки результатов, требования техники безопасности, рекомендуемые протоколы регистрации экспериментов.

Испытания проводят на газодинамическом стенде, оборудованном генератором высокотемпературного газового потока, испытательной камерой, контрольно-измерительной аппаратурой и системой автоматического управления режимом теплового нагружения.

Характеристики термоусталости определяют по числу циклов, времени нагружения до образования трещины, принятой в качестве признака разрушения.

В приложении к ГОСТу приведены следующие схемы и описания:

клиновидного образца для установки термопар;

приспособления для шлифования кромки клиновидного образца.

Даны примеры расчета теплового и термонапряженного состояния клиновидного образца.

5.3.10. Определение жаростойкости защитных покрытий

Метод определения жаростойкости покрытий устанавливает порядок и правила лабораторных испытаний на жаростойкость и долговечность защитных покрытий в условиях воздействия повышенных температур в средах, имитирующих состав продуктов сгорания топлив (в соответствии с ГОСТ 9.312–89).

Метод распространяется на защитные диффузионные и конденсационные металлические покрытия, наносимые на жаростойкие и жаропрочные металлические материалы.

Суть метода: образец нагревают в среде, обеспечивающей условия реального коррозионного процесса, и определяют после завершения испытаний изменения химического и фазового составов покрытий на электронно-зондовых рентгеновских микроанализаторах и оптических микроскопах.

Оценку коррозионной долговечности защитных покрытий устанавливают по изменению содержания основных компонентов.

Требования к форме, размерам и качеству поверхности образцов под покрытие подробно описаны в ГОСТ 9.312–89 и должны соответствовать ГОСТ 6130–71. Так же изготавливаются образцы для электронно-зондового рентгеновского микроанализа (ЭРМА) и металлографического анализа.

Приведены необходимое для испытаний оборудование, испытательные среды, обмазки золовых отложений и требования к ним (в соответствии с ГОСТами 6130–71 и 9.905–82).

Описаны порядок подготовки и проведения испытаний, рекомендуемая форма протоколов испытаний и обработка результатов.

В приложении к ГОСТ 9.312–89 даны рекомендации по защите поверхностей образцов без основного покрытия, рекомендуемые составы травителей для никелевых сплавов с защитными покрытиями, приведены способы оценки долговечности защитных покрытий по результатам испытаний и экстраполяции результатов испытаний.

Глава 6. Методы контроля износостойкости

6.1. Общие положения

Под износом понимают изменение размеров, формы, массы или состояния металлической поверхности при трении.

Целью испытаний на износ является количественное определение характеристик процесса износа, в том числе:

абсолютной линейной величины износа, мм;

абсолютной объемной величины износа, мм^3;

абсолютной величины износа по массе, г.

Основные виды изнашивания:

абразивное изнашивание в результате режущего или царапающего действия твердых частиц, приводящее к удалению поверхностных слоев металла;

изнашивание вследствие пластического деформирования, сопровождающееся перемещением поверхностных слоев в направлении скольжения, но происходящее без потери массы;

изнашивание при хрупком разрушении, когда контактирующие поверхности наклепываются, становятся хрупкими и затем разрушаются, обнажая лежащие под ними менее хрупкие слои металла;

адгезионное изнашивание, при котором происходит диффузионный перенос металла путем вырывания частиц с одной поверхности и налипания их на другую соприкасающуюся поверхность, что приводит к появлению рисок и задиров;

изнашивание в условиях агрессовной жидкой среды, во время которого на трущихся поверхностях образуются тонкие пленки – соединения металла-основы с активными элементами, содержащимися в агрессивной жидкой среде. Эти пленки, менее износостойкие, чем металл-основа, быстрее изнашиваются, обнажая металл-основу. Частный случай такого изнашивания – фреттинг (фреттинг – коррозия), когда происходит изнашивание мест сопряжения деталей, находящихся под нагрузкой, при очень малых повторных перемещениях одной детали относительно другой.

Кавитационное изнашивание, обусловленное возникновением в потоке неравномерно текущей жидкости каверн, которые, захлопываясь на поверхности деталей, вырывают из металла микрочастицы.

Эрозионное изнашивание, обусловленное разрушением поверхности металла струей жидкости или газа, которая «вымывает» с поверхности отдельные частицы металла или окисных пленок, становящиеся абразивными и вызывающие абразивный износ.

6.1.1. Термины и определения, применяемые при описании износостойкости

Порядок применения, термины и определения основных понятий в области трения, изнашивания и смазки установлены в ГОСТ 27674–88.

Для каждого понятия установлен один стандартизованный термин на русском и английском языках по следующим разделам:

общие понятия;

виды и характеристики изнашивания;

явления и процессы при трении и изнашивании;

виды смазки;

методы смазывания;

смазочные материалы и их основные характеристики;

триботехнические характеристики материалов.

Основные понятия и определения, применяемые при описании испытаний на износостойкость, следующие:

изнашивание – процесс отделения материала с поверхности твердого тела (при трении), приводящий к постепенному изменению размеров и состояния материала на участках, образующих поверхность твердых тел;

износ – результат изнашивания, проявляющийся в виде отделения частиц или остаточной деформации материала;

износостойкость – способность материала сопротивляться изнашиванию. Износостойкость материалов определяется большим количеством факторов:

соотношением свойств трущихся материалов;

качеством контактирующих поверхностей (шероховатость поверхности, наличие смазки);

характером движения одной поверхности относительно другой (скольжение, касание, вращение, удары);

скоростью взаимного перемещения поверхностей относительно друг друга;

уровнем нагрузки;

удалением отделившихся частиц (продуктов износа) из области контакта трущихся поверхностей;

наличием коррозионных процессов в области взаимодействия трущихся поверхностей;

совместимость материалов – пригодность материалов для работы в условиях взаимного контакта без задиров и схватывания;

рациональный цикл испытаний – комплексное использование модельных и/или натурных испытаний, направленных на подбор пар трения и оценку их свойств в реальных условиях эксплуатации;

ускоренные испытания на износостойкость – испытания, методы и условия проведение которых обеспечивают получение необходимой информации об износостойкости элементов изделия в более короткие сроки, чем в предусмотренных условиях и режимах эксплуатации;

триботехнические испытания – испытания систем контактного взаимодействия с целью оценки их характеристик в различных условиях внешних воздействий и окружающей среды.

Степень износа в зависимости от состояния материала выражается в потере массы материала, его деформации, изменении свойств и в переносе материала с одной трущейся поверхности на другую.

6.1.2. Требования к методам испытаний на износостойкость

Методы устанавливают общие требования к испытаниям на износостойкость на различных стадиях жизненного цикла изделий (в соответствии с ГОСТ 30480-97).

Распространяются на изделия, их составные части (рассматриваемые как системы контактного взаимодействия), работающие в различных условиях внешних воздействий и окружающей среды.

В соответствии с ГОСТ 30480–97 требования данных методов обязательны для изделий, безопасность которых зависит от их износостойкости.

Эти методы составлены на основе следующих стандартов: 23.201–78, 23.204–88, 23.213–83, 23.216–84, 23.207–79, 23.208–79, 23.211–80, 23.219–84, 23.224–86, 23.220–84, 23.301–78, 27640–88, 27860–88, которые должны учитываться при разработке программ испытаний конкретных видов изделий. Требования данных методов обязательны для изделий, безопасность которых зависит от их износостойкости.

Испытания на износостойкость следует проводить для решения следующих задач:

получения триботехнических характеристик конструкционных и смазочных материалов, необходимых для обоснованного выбора материалов и смазок при проектировании узлов трения;

оперативной оценки эффективности мероприятий по совершенствованию свойств материалов и конструкций трущихся сопряжений;

исследования закономерностей трения и изнашивания, к которым относится комплекс работ по определению влияния различных факторов на скорость изнашивания и абсолютную величину износа;

изыскания новых материалов и исследование их износостойкости;

получения исходных данных для расчетов элементов машин на трение и износостойкость;

определения характеристик процесса изнашивания и соответствующих им степени потерь работоспособности;

выбора наилучших конструктивно-технологических решений;

выбора оптимальных условий эксплуатации и режимов работы машин и приборов;

контроля износостойкости материалов, пар трения и изделий;

оценки надежности и безопасности узлов трения и их отдельных элементов по параметрам износостойкости.

Метод испытаний на износостойкость следует выбирать с учетом:

стадии жизненного цикла изделий;

тяжести последствий из-за отказов изделия по параметрам износостойкости;

заданных в технологической документации триботехнических характеристик;

требований к достоверности результатов подтверждения износостойкости;

особенностей конструкции изделия;

целевого назначения изделия и условий его применения;

условий и режима эксплуатации;

требований к достоверности подтверждения износостойкости;

ограничений на продолжительность и стоимость работ по подтверждению износостойкости.

Виды изнашивания определяют по методикам и техническим условиям, которые моделируют условия изнашивания металлов. Чаще всего это проводят путем стендовых испытаний.

В зависимости от вида изделий, условий их использования и внешних воздействующих факторов стендовые испытания на износостойкость могут проводиться путем:

воспроизведения одного вида разрушающих воздействий (например, абразива);

последовательного приложения к объекту нескольких видов разрушающих возействий, приводящих к различным видам разрушения или изнашивания (например, абразивное, эрозионное, усталостное и др.). Эти испытания допустимы только при условии независимости таких воздействий;

комплексного воспроизведения нескольких разрушающих воздействий, имитирующих реальные условия эксплуатации, в том числе различные виды изнашивания. При таком испытании показатели износостойкости определяют с учетом влияния на износ всего комплекса разрушающих воздействий.

Такими методами проводят испытания:

на тепловое изнашивание. При этом чистые поверхностные слои трущихся металлов нагреваются до высоких температур за счет трения скольжения с большими скоростями и значительными удельными давлениями. При этом происходит контактное схватывание, вызывающее надрывы на поверхности материалов;

на окислительное изнашивание. При этом кислород воздуха или кислород, находящийся в смазке, вступает во взаимодействие с трущейся поверхностью металла и образует на ней оксидную пленку. Процесс изнашивания в этом случае определяется механическим удалением оксидных пленок при трении и скоростью образования новых пленок;

на изнашивание в условиях агрессивного действия жидких сред. При этом на поверхности металла образуются тонкие пленки, которые менее прочны, чем основной металл. Они быстро изнашиваются или отслаиваются, затем вновь возобнавляются. Этот процесс непрерывно повторяется;

на кавитационное изнашивание. При этом в потоке жидкости происходит изменение давления и образуются местные разрывы сплошности

потока с образованием в нем каверн, заполненных паром. Каверны захлопываются и, если это происходит у металлической поверхности, жидкость с большой скоростью ударяет в поверхность металла, вызывая местное его разрушение;

на эрозионное изнашивание. При этом поверхность металла механически разрушается при соприкосновении с движущейся жидкой или газовой средой, содержащей или не содержащей абразивные частицы.

В ГОСТ 30480–97 приведены правила проведения испытаний на износостойкость, изложены задачи, решаемые с помощью этих испытаний, в таблицах систематизированы виды (этапы) испытаний на износостойкость и их характеристики, физические основы методов исследования материалов поверхностей трения. Описаны условия использования различных видов испытаний и требования к методам их проведения.

В зависимости от вида изнашивания и внешних воздействующих факторов испытания образцов материалов следует проводить в соответствии с действующими стандартами:

на газоабразивное изнашивание – по ГОСТ 23.201–78;

на ударно-абразивное изнашивание – по ГОСТ 23.207–79;

на изнашивание при фреттинге и фреттинг-коррозии – по ГОСТ 23.211–80;

на гидроэрозионное изнашивание – по ГОСТ 23.219–84;

при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы – по ГОСТ 23.208–79;

В них указаны порядок проведения натурных и полигонных испытаний и решаемые при этом практические задачи.

В приложениях к ГОСТ 30480–97 приведены группы параметров, значения которых необходимо контролировать при моделировании на малогабаритных образцах и натурном моделировании, приведены требования к форме и размерам образцов для модельных триботехнических испытаний. Описаны параметры трибосопряжений, подлежащие измерениям при натурных испытаниях и контролю при эксплуатационных испытаниях, особенности влияния конструкции на фрикционно-износные характеристики пары трения, которые выявляются при натурных испытаниях.

Методы исследования поверхностей трения приведены в табл. 4.

Таблица 4

Характеристики методов исследования поверхностей трения

Метод исследования	Разрешающая способность	Область применения
Оптическая микроскопия	Увеличение 100…2000 крат	Исследование микроструктуры с целью качественного определения фазового состава и количественного содержания фаз, размера и распределения

		структурных составляющих, наличия повреждений, очагов коррозии и разрушения
Растровая электронная микроскопия	5–10 нм	Микроанализ поверхностного слоя, особенно при исследовании элементов с атомным номером более 35, идентификация элементов, присутствующих в объеме образца вблизи поверхности трения
Просвечивающая электронная микроскопия	Менее 10 нм	Микроанализ частиц износа и маленьких участков поверхности
Рентгеновский структурный анализ	–	Исследование тонкой структуры металла, структурных изменений
Рентгенография	–	Определение числа, размеров или разориентировки кристаллитов; определение остаточных напряжений; фазовый анализ радиационных повреждений
Рентгеновская флюоресценция	Чувствительность до 0,0001 % для тяжелых элементов. Вторичные рентгеновские лучи могут возникать на глубине менее 10 мкм	Неразрушающий количественный анализ элементов, тяжелее кислорода
Акустическая микроскопия	Менее 0,5 мкм	Исследование тонких пленок
Эллипсометрия	–	Исследование процессов адсорбции, коррозии, микронеоднородностей на поверхности (с помощью луча лазера), состава анизотропных поверхностей и пленок
Измерение микротвердости	Увеличение до 480 крат	Исследование отдельных структурных составляющих и тонких поверхностных слоев

Метод контактной разности потенциалов	–	Оценка поверхностной энергии твердого тела, на основе которой проводятся исследования адсорбционных явлений, формирования граничных слоев смазки и пластификации поверхностных слоев материала

6.1.3. Требования к методам установления предельного износа изделий

Методы устанавливают требования к способам определения предельного износа, обеспечивающего требуемый уровень безопасности изделий и их составных частей, а также предельных зазоров в сопряжениях (в соответствии с ГОСТ 30479–97).

Распространяются на изделия и их составные части, работающие в условиях трения и износа, при которых необходимо обеспечивать безопасность эксплуатации.

В этом же ГОСТе подробно описаны общие положения о критериях и параметрах предельного износа в зависимости от вида и функционального назначения изделия, многообразные факторы, учитывающие предельный износ.

Прямыми и косвенными критериями определения допустимого верхнего предела внешнего воздействующего фактора являются:

сохранение вида контакта;

резкое повышение температуры в зоне трения;

сохранение вида изнашивания;

увеличение момента трения;

возникновение заеданий;

изменение места разрушения и его характера.

Описаны требования к методам установления предельного износа и риска безопасности, приведены рекомендуемые методы определения износа при заданной величине риска (время эксплуатации или наработки до ремонта).

Эти методы следует использовать, когда:

по результатам испытаний установлены вид изнашивания и скорость изнашивания;

определена периодичность ремонтов или задан срок службы изделия;

установлена предельная величина износа по элементу изделия, лимитирующему его безопасность.

Подробно описан метод определения предельного износа с учетом случайных факторов. Его следует использовать при определении

предельного значения параметра безопасности для конкретного момента времени, которое может быть сроком службы, временем проведения ремонта и т.п.

Приведены конкретные примеры расчета изнашиваемых деталей и изделий.

6.2. Методы испытаний на абразивный износ

6.2.1. Испытание на абразивное изнашивание при трении о закрепленные абразивные частицы

Метод устанавливает правила и порядок испытаний на абразивное изнашивание и определения относительной износостойкости черных и цветных металлов (в соответствии с ГОСТ 17367–71).

Суть метода: производят трение испытуемого и эталонного образцов о поверхность с закрепленными на ней абразивными частицами (абразивная шкурка) при статической нагрузке и отсутствии нагрева.

Машины трения для проведения испытаний должны соответствовать следующим требованиям:

обеспечивать трение торца цилиндрического образца по поверхности абразивной шкурки по спирали Архимеда в направлении от центра диска к периферии;

радиальная подача образцов на каждый оборот диска должна составлять 1 мм;

скорость трения образцов на абразивной шкурке не должна вызывать нагрев материала в процессе испытаний, приводящий к изменению его свойств;

образец должен прижиматься к поверхности абразивной шкурки под действием заданной статической нагрузки.

В качестве материала эталонного образца принимают:

при испытании металла с твердостью менее HV 150 – алюминий технически чистый в отожженном состоянии;

при испытании металлов с твердостью HV 150 и выше – железо технически чистое в отожженном состоянии.

Тип абразива абразивной шкурки выбирают следующим образом:

при выявлении связи относительной износостойкости испытуемого материала с его физическими свойствами твердость абразивного материала должна превышать твердость испытуемого материала не менее, чем в 1,6 раза;

при определении относительной износостойкости испытуемого материала при действии кварцевого песка применяют кремневую шлифовальную шкурку по ГОСТ 5009–68 зернистости абразивного материала № 6 по ГОСТ 3647–59.

Для испытаний применяют гладкие цилиндрические образцы диаметром

2±0,1 мм и длиной 15–20 мм. Шероховатость рабочей и боковой поверхностей образцов должна быть не грубее R_a 40 мкм чистоты по ГОСТ 2789–73, на них не должно быть следов коррозии, окалины, цветов побежалости, если это не предусмотрено техническими условиями.

Относительная износостойкость вычисляется по приведенной в ГОСТ 17367–71 формуле.

6.2.2. Испытание материалов на износостойкость при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы

Метод устанавливает правила определения величины абразивного изнашивания материалов при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы (в соответствии с ГОСТ 23. 208–79).

Метод распространяется на материалы и покрытия твердостью менее HV140 и на пористые материалы со средним размером пор менее 0,1 мм, а также на покрытия с твердостью, изменяющейся на глубине 0,3 мм менее, чем на 10%.

Суть метода: производят трение образцов исследуемого и эталонного материалов при одинаковых условиях об абразивные частицы. Частицы подают в зону трения и прижимают к образцу вращающимся резиновым роликом, измеряют износ образцов испытываемого и эталонного материалов, а износостойкость испытываемого материала оценивают сравнением его износа с износом эталонного образца.

В ГОСТ 23.208–79 приведены и описаны схема испытательной установки (в соответствии с ГОСТами на отдельные детали), форма и размеры исследуемых и эталонных образцов (с учетом ГОСТов 10356–63 и 2789–73), а также рекомендуемые абразивные материалы (по ГОСТ 3647–71) и промывочные материалы (с соответствующими ГОСТами).

Описаны порядок подготовки к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов исследований.

6.2.3. Испытание на ударно-абразивное изнашивание

Метод устанавливает правила и порядок испытаний на ударно-абразивное изнашивание металлов, их сплавов, композиций на металлической основе, вызванное многократными прямыми ударами изнашивающейся поверхности об абразивную прослойку (в соответствии с ГОСТ 23.207–79).

Кроме того распространяется на композиции на металлической основе, металлические покрытия твердостью более HV100, на пористые материалы со средним размером пор менее 0,10 мм, а также на покрытия толщиной более 0,60 мм.

Суть метода: повторные удары образцом производят через слой твердых абразивных частиц по неподвижной наковальне с заданными энергией удара, скоростью и частотой соударений и оценивают

относительную износостойкость материала сравнением износа исследуемых и эталонных образцов, испытываемых в идентичных условиях.

В ГОСТ23.207–79 описана схема испытательной установки, эталонные образцы, используемые абразивные материалы (по ГОСТ 3647–71) и промывочные материалы. Там же указан порядок подготовки к испытаниям, их проведения, обработки результатов по определению износостойкости.

6.2.4. Испытание материалов на изнашивание при ударе в условиях низких температур

Метод устанавливает правила определения величины изнашивания, вызванного многократными прямыми ударами об абразивную или металлическую поверхность в условиях низких температур (в соответствии с ГОСТ23.212–79).

Распространяется на металлические материалы и металлические покрытия с твердостью более HV100, композиционные материалы на металлической основе и покрытия толщиной более 0,4 мм.

Суть метода: по охлажденному до заданной температуры образцу проводят удары с заданной энергией, частотой и скоростью соударения металлическим контробразцом непосредственно или через абразивную ленту и оценивают относительную износостойкость материалов путем сравнения износа исследуемых и контрольных образцов. При этом последние испытывают в идентичных условиях при нормальной температуре.

Износ образцов определяют взвешиванием или измерением линейных размеров до и после испытаний.

В ГОСТ 23-212–82 приведенs и описанs схема испытательной установки, форма и размеры контрольных образцов, которые изготовляют из стали 45 (по ГОСТ 1050–74) с твердостью HV 190–220. Для испытаний при ударе через абразивную ленту изготовляют контробразцы из стали с твердостью HV 520–580 (ГОСТы 2999–75 и 1050–74)диаметром 8 мм и длиной 25 мм. Приведены промывочные и охлаждающие жидкости (с указанием соответствующих ГОСТов).

Абразивная лента изготавливается из тканевой шлифовальной шкурки (по ГОСТ 5009–82) с абразивным материалом из электрокорунда марки 15А (по ГОСТ 3647–80).

Оценка износостойкости в конкретных условиях изнашивания возможна абразивными лентами, изготовленными из шлифовальных шкурок других наименований, либо проведением испытаний при ударе непосредственно по образцу контробразцами, изготовленными из материалов, применяемых при эксплуатации.

В ГОСТ 23.212–82 описаны порядок подготовки образцов к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов испытаний. Приведены рекомендуемые формы протоколов и результатов испытаний.

6.2.5. Испытание на износостойкость материалов и деталей при гидроэрозионном изнашивании дисперсными частицами

Метод устанавливает правила испытаний стойкости материалов и деталей к гидроэрозионному изнашиванию при соударении с жидкими частицами без учета химического и температурного воздействия жидкости для получения характеристик износостойкости образцов, а также оценки и прогнозирования износостойкости деталей (в соответствии с ГОСТ 23.219–84).

Распространяется на металлические, керамические, полимерные и композиционные материалы, покрытия и элементы деталей.

Суть метода: вращающиеся образцы повреждаются в результате соударения с потоком жидких частиц, создаваемых генератором частиц, на роторной установке при форсированных режимах испытаний.

В ГОСТ 23.219–84 приведены схема и подробное описание установки для испытаний, даны ее технические характеристики (давление, скорость вращения ротора, температура и т.д. в соответствии с ГОСТами).

Приведены материалы, форма, размеры эталонных образцов и образцов из исследуемых материалов и материалов с покрытиями, образцы элементов деталей.

Статистическая оценка результатов испытаний проводится по рекомендациям ГОСТов 11.002–73, 11.004–74, 11.005–75, 11006–75, 14359–69.

В ГОСТ 23.219–85 описаны порядок подготовки образцов к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов испытаний. В приложении к этому ГОСТу приведены расчетные формулы оценки износостойкости.

6.2.6. Испытание материалов и покрытий на газоабразивное изнашивание с помощью с центробежного ускорения

Метод устанавливает правила испытания металлических материалов и покрытий на абразивное изнашивание в потоке твердых частиц (в соответствии с ГОСТ 23.201–78).

Применяется для материалов и покрытий твердостью более HV200, для пористых материалов со средним размером пор менее 0,02 мм и покрытиq толщиной более 0,3 мм.

Суть метода: на испытуемые и эталонные образцы одновременно воздействуют потоком твердых частиц, создаваемым центробежным ускорителем со стандартными рабочими размерами, при фиксированных режимах испытаний и измеряют величину износа исследуемых и эталонных образцов.

Износостойкость материала оценивают путем сравнения его износа с износом эталонного образца.

В ГОСТ 23.201–78 описаны испытательные машины типа ЦУК и материалы (ГОСТ 6139–78), применяемые в данном методе, определен порядок подготовки образцов к испытанию (ГОСТы 2999–75 и 5382–73), проведения испытаний и обработки их результатов. Приведены рекомендуемые формы протоколов испытаний.

6.3. Методы испытаний на трение и истирание

6.3.1. Измерение износа деталей трущихся сопряжений

Методы устанавливают правила непрерывного или периодического измерения износа деталей трущихся сопряжений при лабораторных испытаниях или в процессе их эксплуатации (в соответствии с ГОСТ 27860–88).

Ниже рассмотрены детали машин, для которых предусмотрены различные измерения износа:

1. Детали из металлических конструкционных материалов на основе железа, меди и их сплавов и композиций с содержанием других элементов не более 20% (мас.).

Методы измерения износа рекомендуется применять для контроля износа при переходных процессах типа приработки.

Суть методов: измеряют уменьшение интенсивности гамма-излучения, предварительно активированного в месте измерения износа поверхностного слоя (метод поверхностной активации) или торцевых поверхностей, прилегающих к поверхности износа (метод радиоактивных марок).

2. Металлические и неметаллические детали трущихся сопряжений.

Суть методов: проводят активационный и спектральный анализы смазочного материала, в котором остаются продукты изнашивания при смазывании жидким или пластичным смазочным материалом (при наличии возможности отбора проб смазочного материала).

3. Металлические и неметаллические детали или образцы фрикционных сопряжений.

Методы не распространяются на пластическую деформацию поверхности трения. В этом случае измеряют контур лунки, поскольку она может являться эффективным концентратором напряжений.

Суть методов: измеряют длину предварительно вырезанной на трущихся поверхностях лунки, уменьшающейся в результате изнашивания.

4. Рабочие поверхности трения деталей машин и образцы, размеры и формы которых допускают профилографирование.

Суть методов: профилографируют детали машин и образцов и измеряют разницу высот профиля до и после изнашивания.

При использовании этих методов применяют приборы, указанные в ГОСТ 27860–88, где приведены их схемы, описание работы и соответствующие ГОСТы на оборудование и сопутствующие материалы.

Подробно описаны подготовка к измерениям, порядок их проведения и обработка результатов, представлены таблицы расчетов, указаны требования техники безопасности, рекомендуемые формы протоколов измерений износа, даны примеры измерения износа различными методами.

6.3.2. Оценка истирающей способности поверхностей при трении

Метод устанавливает правила оценки истирающей способности обработанных поверхностей при трении со смазочным материалом (в соответствии с ГОСТ 23204–78).

Применяется для материалов с твердостью более HV 300.

Суть метода: радиальной поверхностью цилиндрического образца испытываемого материала изнашивают плоскую поверхность эталонного образца при заданных условиях и измеряют износ в процессе испытаний. Об истирающей способности поверхности судят по значениям параметров линейной функции, аппроксимирующей зависимость интенсивности изнашивания от давления.

В ГОСТ 23.204–78 описаны испытательная установка, форма и размеры эталонного и испытываемого образца (по ГОСТ 10007–72). Приведены смазочные и промывочные материалы (с указанием соответствующих ГОСТов). Описаны порядок подготовки к испытаниям, их проведения, обработки результатов.

6.3.3. Испытание материалов на изнашивание при фреттинге и фреттинг-коррозии

Метод устанавливает правила оценки изнашивания при фреттинге и фреттинг-коррозии со смазочными материалами и без них (в соответствии с ГОСТ 23.211–80).

Распространяется на металлические и неметаллические материалы и покрытия.

Суть метода: цилиндрический подвижный образец (контробразец), соприкасающийся торцом с неподвижным цилиндрическим образцом из исследуемого материала при заданном давлении, приводят в возвратно-вращательное движение с заданными амплитудой и частотой, измеряют износ неподвижного образца за заданное количество циклов, по значению которого определяется изнашиваемость исследуемого материала.

В ГОСТ 23.211–80 приведены схема и описание установок типа МФК-1, приборы, необходимые для проведения испытаний, промывочные и смазочные жидкости (ГОСТы 19299–73, 443–76, 2603–79).

Описаны порядок подготовки и проведения испытаний, а также обработка результатов испытаний. Приведены формы протоколов испытаний материалов на изнашивание при фреттинг-коррозии.

6.3.4. Испытание на трение и изнашивание при смазывании маслохладоновыми смесями

Метод устанавливает правила определения величины изнашивания материалов при испытании трением (в соответствии с ГОСТ 23.216–84) в сочетании со смазыванием смесями масел для холодильных машин с хладагентами.

Метод распространяется на металлические и неметаллические материалы.

Суть метода: прижатые друг к другу с заданным усилием испытываемые образцы перемещают в среде маслохладоновой смеси при заданных давлениях хладагента и регистрируют линейный износ образцов, силу (момент) трения, температуру образцов и маслохладоновой смеси.

В ГОСТ 23.216–84 приведены схемы с подробным описанием устройства и порядка работы на установке для триботехнических испытаний при возвратно-поступательном движении образцов, на установке для триботехнических испытаний при вращательном движении образцов, описано устройство и принцип его работы для непрерывной регистрации суммарного линейного износа контактирующих образцов. Приведены также рекомендуемые методы измерения износа, такие как:

методы вырезанных лунок (ГОСТ 17534–72);

методы отпечатков (ГОСТ 9377–81).

Приведены форма и размеры образцов для испытаний, схемы испытаний на указанных установках, промывочные жидкости (с соответствующими ГОСТами).

Описаны порядок подготовки к испытаниям, их проведения, а также обработка результатов.

6.3.5. Оценка износостойкости восстановленных деталей

Методы устанавливают правила оценки износостойкости при изнашивании образцов соответствующих материалов и покрытий на испытательных установках (в соответствии с ГОСТ 23.224–86).

Распространяются на восстановленные детали подвижных сопряжений, изнашивающиеся в процессе эксплуатации.

Не распространяются на полимерные покрытия и покрытия с порами размером более 0,05 мм с истирающей способностью, превышающей соответствующий показатель новой детали более, чем на 20%, а также на испытания зубчатых пар.

В соответствии с ГОСТ 23.224–86 устанавливаются 4 группы методов испытаний.

Группа А – сравнительные экспресс-испытания.

Испытания предназначены для предварительного отбора вариантов технологии восстановления, подлежащих последующим испытаниям

методами групп Б, В, Г, а также для контроля стабильности технологических процессов.

Суть метода: определяют соотношение интенсивностей изнашивания исследуемой (восстановленной) и эталонной поверхностей, испытываемых при заранее установленных идентичных условиях.

Испытания этой группы проводят в соответствии с требованиями ГОСТов 23.206–79, 23.211–80, 23.220–84, 23.224–86.

Группа Б – моделирующие испытания.

Суть метода: оценивают интенсивность изнашивания в эксплуатационных условиях пересчетом результатов лабораторных или стендовых испытаний через масштабные коэфициенты или коэффициенты ускорения.

Эти испытания предназначены для оценки работоспособности материалов в условиях, вызывающих наибольшее изнашивание.

Группа В – ускоренные ресурсные испытания (в соответствии с ГОСТ 23.205–79 и с ГОСТ 23.224–86).

Суть метода: оценивают и контролируют ресурс сопряжения применительно к заданным условиям эксплуатации.

Группа Г – испытания по ГОСТам 23.215–84, 23.222–85, 23.224–86.

Суть метода: определяют диапазон нагрузок, скорости скольжения и температуры, обеспечивающие приемлемые в эксплуатации значения интенсивности изнашивания.

В ГОСТ 23.224–86 приведены схемы и описание следующих установок:

для исследования торцевых пар трения;

для испытания восстановленных сопряжений шарнирного типа;

для испытания восстановленных сопряжений типа «кольцо-гильза» цилиндра;

для сравнительных триботехнических испытаний восстановительных покрытий по схеме «диск-пальцы»;

приставки для измерения сил трения;

устройства для получения и подачи в зону трения абразивно-масляной взвеси.

Также приведена схема ориентации образца на профилометре для метода определения износа профилографированием.

В приложении к ГОСТ 23.208–86 изложен дополнительный метод приработки и испытаний на прирабатываемость восстановленных сопряжений. Приведены формы протоколов испытаний в соответствии с ГОСТами 23.205–79 и 23.224–86.

В ГОСТ 23.224–86 указаны смазочные и промывочные материалы (с соответствующими ГОСТами).

6.3.6. Оценка истирающей способности поверхностей восстановленных валов

Метод устанавливает правила экспериментальной оценки истирающей способности поверхности восстановленных валов на длине вдоль цилиндрической образующей не менее 30 мм после их конечной обработки (в соответствии с ГОСТ 23.220–84).

Распространяется на поверхности восстановленных валов диаметров от 10 до 100 мм из металлических материалов с шероховатостью не менее 0,16 мм (ГОСТ 2789–73) и твердостью HV не менее 30.

Суть метода: истирают поверхности образцов из эталонного материала и из цилиндрической поверхности восстановленного вала при заданных условиях трения со смазыванием. Об истирающей способности вала судят по среднему линейному износу образцов за определенный путь трения.

В ГОСТ 23.220–84 приведена схема конструкции прибора для определения истирающей способности восстановленной поверхности вала и отдельных его узлов. Подробно описан принцип его работы. Показаны форма и размеры образцов, приведены смазочные и промывочные материалы (с соответствующими ГОСТами).

Описаны порядок подготовки образцов к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов испытаний.

6.3.7. Оценка противозадирных свойств машиностроительных материалов

Методы устанавливают правила совокупной оценки показателей противозадирной стойкости машиностроительных материалов в сочетании со смазочными маслами или пластичными смазочными материалами при трении в условиях несовершенной смазки тяжело нагруженных опор при скоростях скольжения, не вызывающих фрикционный разогрев (в соответствии с ГОСТ 23.213–82).

Распространяются на металлические материалы и металлические покрытия твердостью более HB15, а также на пористые материалы с размером пор менее 0,05 мм.

В соответствии с ГОСТ 23.213–82 устанавливается 3 метода испытаний.

Метод А – распространяется на материалы твердостью не менее HRC 50.

Его используют для оценки несущей способности граничных слоев смазочных материалов (порога внешнего трения).

Суть метода: на образец исследуемого металлического материала наносят исследуемый смазочный материал. По его поверхности двигают сферический индентор под нагрузкой, возрастающей при его перемещении. Регистрируют силу трения и глубину внедрения индентора, по значениям которых в момент скачкообразного возрастания силы трения судят о несущей способности граничных слоев смазочных масел.

Метод Б – используют для оценки противозадирной стойкости любых металлических материалов.

Суть метода: прижимаемые друг к другу возрастающей с перемещением нагрузкой образец и контробразец из исследуемых материалов смещают относительно друг друга на величину, достаточную для возникновения заедания, и регистрируют в момент его возникновения силу трения. Измеряют геометрические характеристики повреждений поверхностей и микротвердость деформированных при заедании участков поверхности трения, по значениям которых судят о противозадирной стойкости материала.

Метод В – используют для оценки стойкости к схватыванию любых металлических материалов.

Суть метода: два установленных противоположно контробразца (ролики с параллельно расположенными осями) и находящийся между ними цилиндрический образец с осью, перпендикулярной плоскости осей роликов, приводят в относительное перемещение в направлении нормали к плоскости осей роликов. При этом по мере перемещения увеличивают усилие прижатия роликов к образцу и угол их поворота, измеряют усилие перемещения и характеристики микрогеометрии поверхностей, по которым судят о стойкости к схватыванию материалов.

В ГОСТ 23.213–83 описана схема установки, которую используют в комплекте с разрывными испытательными машинами, соответствующими требованиям ГОСТ 7855–77. Приведены размеры, форма и материал образцов, применяемые для всех видов испытаний (качество образцов должно соответствовать требованиям ГОСТ 3722–81 и 801–78), указаны промывочные жидкости (с соответствующими ГОСТами).

В ГОСТ 23.213–83 указаны также порядок подготовки к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов.

6.4. Метод ускоренных ресурсных испытаний с периодическим форсированием режима

Метод устанавливает правила ускоренных ресурсных испытаний для ориентировочной оценки ресурса испытываемого образца изделия до достижения заданного предельного значения заданного параметра или для оценки его значения, соответствующего заданной наработке изделия в нормальном режиме (в соответствии с ГОСТ 23.205–79).

Для разработки методик ускоренных испытаний конкретных видов продукции в ГОСТ 23.205–79 приведен перечень исходных данных.

Суть метода: испытания каждого образца проводят при последовательном ступенчатом чередовании нормального и форсированного режимов эксплуатации. Параметры форсированного режима экстрапалируют на условия нормального режима и производят ориентировочную оценку ресурса изделия.

В ГОСТ 23.205–79 приведен порядок проведения испытаний, обработки и оценки результатов. Приведены принятые стандартные обозначения показателей.

6.5. Метод определения энергоемкости при пластической деформации металлических материалов

Метод устанавливает правила определения энергоемкости металлических материалов и сплавов при испытании образцов на растяжение (в соответствии с ГОСТ 23.218–84).

Метод не распространяется на металлические покрытия и композиции на металлической основе, имеющие анизотропию свойств материала по сечению образца от поверхности к центру (например, стали, подвергнутые поверхностному упрочнению – цементации, азотированию и т.д.).

Суть метода: цилиндрический образец из исследуемого материала подвергают растяжению, затем определяют количество энергии, поглощенной единицей объема материала образца при пластической деформации до разрушения.

Энергоемкостью материалов оценивают износостойкость деталей при абразивном изнашивании без проведения испытаний (см. приложение к ГОСТ 23.218–84).

Образцы на растяжение испытывают на машинах любых типов, соответствующих требованиям ГОСТ 1497–84. Форма, размеры образцов и требования к их изготовлению приведены в том же ГОСТе.

В соответствии с рекомендуемым приложением к ГОСТ 23.218–84 метки на образцах, определяющие размеры базы, и отпечатки для измерения деформации образцов наносят с использованием приборов для определения твердости методом Виккерса (ГОСТ 2999–75), оснащенных координатным столиком. Образцы нагружают по ГОСТ 1497–84, регистрируя усилия на образце и его деформацию до разрушения. По диаграмме растяжения определяют энергоемкость при пластической деформации материала.

Сравнительную оценку износостойкости материалов без испытаний на абразивное изнашивание в одинаковых условиях при трении о закрепленный абразив проводят по номограмме в координатах твердость – износостойкость в зависимости от энергоемкости при пластической деформации в отожженном и в исследуемом структурном состояниях.

В ГОСТ 23.218–84 приведены показатели, описывающие энергоемкость материала, принципиальная схема устройства для нанесения отпечатков на образцах, даны формы протоколов испытаний.

Глава 6. Методы контроля износостойкости

6.1. Общие положения

Под износом понимают изменение размеров, формы, массы или состояния металлической поверхности при трении.

Целью испытаний на износ является количественное определение характеристик процесса износа, в том числе:

абсолютной линейной величины износа, мм;

абсолютной объемной величины износа, $мм^3$;

абсолютной величины износа по массе, г.

Основные виды изнашивания:

абразивное изнашивание в результате режущего или царапающего действия твердых частиц, приводящее к удалению поверхностных слоев металла;

изнашивание вследствие пластического деформирования, сопровождающееся перемещением поверхностных слоев в направлении скольжения, но происходящее без потери массы;

изнашивание при хрупком разрушении, когда контактирующие поверхности наклепываются, становятся хрупкими и затем разрушаются, обнажая лежащие под ними менее хрупкие слои металла;

адгезионное изнашивание, при котором происходит диффузионный перенос металла путем вырывания частиц с одной поверхности и налипания их на другую соприкасающуюся поверхность, что приводит к появлению рисок и задиров;

изнашивание в условиях агрессовной жидкой среды, во время которого на трущихся поверхностях образуются тонкие пленки – соединения металла-основы с активными элементами, содержащимися в агрессивной жидкой среде. Эти пленки, менее износостойкие, чем металл-основа, быстрее изнашиваются, обнажая металл-основу. Частный случай такого изнашивания – фреттинг (фреттинг – коррозия), когда происходит изнашивание мест сопряжения деталей, находящихся под нагрузкой, при очень малых повторных перемещениях одной детали относительно другой.

Кавитационное изнашивание, обусловленное возникновением в потоке неравномерно текущей жидкости каверн, которые, захлопываясь на поверхности деталей, вырывают из металла микрочастицы.

Эрозионное изнашивание, обусловленное разрушением поверхности металла струей жидкости или газа, которая «вымывает» с поверхности отдельные частицы металла или окисных пленок, становящиеся абразивными и вызывающие абразивный износ.

6.1.1. Термины и определения, применяемые при описании износостойкости

Порядок применения, термины и определения основных понятий в области трения, изнашивания и смазки установлены в ГОСТ 27674–88.

Для каждого понятия установлен один стандартизованный термин на русском и английском языках по следующим разделам:

общие понятия;

виды и характеристики изнашивания;

явления и процессы при трении и изнашивании;

виды смазки;

методы смазывания;

смазочные материалы и их основные характеристики;

триботехнические характеристики материалов.

Основные понятия и определения, применяемые при описании испытаний на износостойкость, следующие:

изнашивание – процесс отделения материала с поверхности твердого тела (при трении), приводящий к постепенному изменению размеров и состояния материала на участках, образующих поверхность твердых тел;

износ – результат изнашивания, проявляющийся в виде отделения частиц или остаточной деформации материала;

износостойкость – способность материала сопротивляться изнашиванию. Износостойкость материалов определяется большим количеством факторов:

соотношением свойств трущихся материалов;

качеством контактирующих поверхностей (шероховатость поверхности, наличие смазки);

характером движения одной поверхности относительно другой (скольжение, касание, вращение, удары);

скоростью взаимного перемещения поверхностей относительно друг друга;

уровнем нагрузки;

удалением отделившихся частиц (продуктов износа) из области контакта трущихся поверхностей;

наличием коррозионных процессов в области взаимодействия трущихся поверхностей;

совместимость материалов – пригодность материалов для работы в условиях взаимного контакта без задиров и схватывания;

рациональный цикл испытаний – комплексное использование модельных и/или натурных испытаний, направленных на подбор пар трения и оценку их свойств в реальных условиях эксплуатации;

ускоренные испытания на износостойкость – испытания, методы и условия проведение которых обеспечивают получение необходимой информации об износостойкости элементов изделия в более короткие сроки, чем в предусмотренных условиях и режимах эксплуатации;

триботехнические испытания – испытания систем контактного взаимодействия с целью оценки их характеристик в различных условиях внешних воздействий и окружающей среды.

Степень износа в зависимости от состояния материала выражается в потере массы материала, его деформации, изменении свойств и в переносе материала с одной трущейся поверхности на другую.

6.1.2. Требования к методам испытаний на износостойкость

Методы устанавливают общие требования к испытаниям на износостойкость на различных стадиях жизненного цикла изделий (в соответствии с ГОСТ 30480-97).

Распространяются на изделия, их составные части (рассматриваемые как системы контактного взаимодействия), работающие в различных условиях внешних воздействий и окружающей среды.

В соответствии с ГОСТ 30480–97 требования данных методов обязательны для изделий, безопасность которых зависит от их износостойкости.

Эти методы составлены на основе следующих стандартов: 23.201–78, 23.204–88, 23.213–83, 23.216–84, 23.207–79, 23.208–79, 23.211–80, 23.219–84, 23.224–86, 23.220–84, 23.301–78, 27640–88, 27860–88, которые должны учитываться при разработке программ испытаний конкретных видов изделий. Требования данных методов обязательны для изделий, безопасность которых зависит от их износостойкости.

Испытания на износостойкость следует проводить для решения следующих задач:

получения триботехнических характеристик конструкционных и смазочных материалов, необходимых для обоснованного выбора материалов и смазок при проектировании узлов трения;

оперативной оценки эффективности мероприятий по совершенствованию свойств материалов и конструкций трущихся сопряжений;

исследования закономерностей трения и изнашивания, к которым относится комплекс работ по определению влияния различных факторов на скорость изнашивания и абсолютную величину износа;

изыскания новых материалов и исследование их износостойкости;

получения исходных данных для расчетов элементов машин на трение и износостойкость;

определения характеристик процесса изнашивания и соответствующих им степени потерь работоспособности;

выбора наилучших конструктивно-технологических решений;

выбора оптимальных условий эксплуатации и режимов работы машин и приборов;

контроля износостойкости материалов, пар трения и изделий;

оценки надежности и безопасности узлов трения и их отдельных элементов по параметрам износостойкости.

Метод испытаний на износостойкость следует выбирать с учетом:

стадии жизненного цикла изделий;

тяжести последствий из-за отказов изделия по параметрам износостойкости;

заданных в технологической документации триботехнических характеристик;

требований к достоверности результатов подтверждения износостойкости;

особенностей конструкции изделия;

целевого назначения изделия и условий его применения;

условий и режима эксплуатации;

требований к достоверности подтверждения износостойкости;

ограничений на продолжительность и стоимость работ по подтверждению износостойкости.

Виды изнашивания определяют по методикам и техническим условиям, которые моделируют условия изнашивания металлов. Чаще всего это проводят путем стендовых испытаний.

В зависимости от вида изделий, условий их использования и внешних воздействующих факторов стендовые испытания на износостойкость могут проводиться путем:

воспроизведения одного вида разрушающих воздействий (например, абразива);

последовательного приложения к объекту нескольких видов разрушающих возействий, приводящих к различным видам разрушения или изнашивания (например, абразивное, эрозионное, усталостное и др.). Эти испытания допустимы только при условии независимости таких воздействий;

комплексного воспроизведения нескольких разрушающих воздействий, имитирующих реальные условия эксплуатации, в том числе различные виды изнашивания. При таком испытании показатели износостойкости определяют с учетом влияния на износ всего комплекса разрушающих воздействий.

Такими методами проводят испытания:

на тепловое изнашивание. При этом чистые поверхностные слои трущихся металлов нагреваются до высоких температур за счет трения скольжения с большими скоростями и значительными удельными давлениями. При этом происходит контактное схватывание, вызывающее надрывы на поверхности материалов;

на окислительное изнашивание. При этом кислород воздуха или кислород, находящийся в смазке, вступает во взаимодействие с трущейся поверхностью металла и образует на ней оксидную пленку. Процесс изнашивания в этом случае определяется механическим удалением оксидных пленок при трении и скоростью образования новых пленок;

на изнашивание в условиях агрессивного действия жидких сред. При этом на поверхности металла образуются тонкие пленки, которые менее прочны, чем основной металл. Они быстро изнашиваются или отслаиваются, затем вновь возобнавляются. Этот процесс непрерывно повторяется;

на кавитационное изнашивание. При этом в потоке жидкости происходит изменение давления и образуются местные разрывы сплошности потока с образованием в нем каверн, заполненных паром. Каверны захлопываются и, если это происходит у металлической поверхности,

жидкость с большой скоростью ударяет в поверхность металла, вызывая местное его разрушение;

на эрозионное изнашивание. При этом поверхность металла механически разрушается при соприкосновении с движущейся жидкой или газовой средой, содержащей или не содержащей абразивные частицы.

В ГОСТ 30480–97 приведены правила проведения испытаний на износостойкость, изложены задачи, решаемые с помощью этих испытаний, в таблицах систематизированы виды (этапы) испытаний на износостойкость и их характеристики, физические основы методов исследования материалов поверхностей трения. Описаны условия использования различных видов испытаний и требования к методам их проведения.

В зависимости от вида изнашивания и внешних воздействующих факторов испытания образцов материалов следует проводить в соответствии с действующими стандартами:

на газоабразивное изнашивание – по ГОСТ 23.201–78;

на ударно-абразивное изнашивание – по ГОСТ 23.207–79;

на изнашивание при фреттинге и фреттинг-коррозии – по ГОСТ 23.211–80;

на гидроэрозионное изнашивание – по ГОСТ 23.219–84;

при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы – по ГОСТ 23.208–79;

В них указаны порядок проведения натурных и полигонных испытаний и решаемые при этом практические задачи.

В приложениях к ГОСТ 30480–97 приведены группы параметров, значения которых необходимо контролировать при моделировании на малогабаритных образцах и натурном моделировании, приведены требования к форме и размерам образцов для модельных триботехнических испытаний. Описаны параметры трибосопряжений, подлежащие измерениям при натурных испытаниях и контролю при эксплуатационных испытаниях, особенности влияния конструкции на фрикционно-износные характеристики пары трения, которые выявляются при натурных испытаниях.

Методы исследования поверхностей трения приведены в табл. 4.

Таблица 4

Характеристики методов исследования поверхностей трения

Метод исследования	Разрешающая способность	Область применения
Оптическая микроскопия	Увеличение 100…2000 крат	Исследование микроструктуры с целью качественного определения фазового состава и количественного содержания фаз, размера и распределения структурных составляющих, наличия повреждений, очагов

		коррозии и разрушения
Растровая электронная микроскопия	5–10 нм	Микроанализ поверхностного слоя, особенно при исследовании элементов с атомным номером более 35, идентификация элементов, присутствующих в объеме образца вблизи поверхности трения
Просвечивающая электронная микроскопия	Менее 10 нм	Микроанализ частиц износа и маленьких участков поверхности
Рентгеновский структурный анализ	–	Исследование тонкой структуры металла, структурных изменений
Рентгенография	–	Определение числа, размеров или разориентировки кристаллитов; определение остаточных напряжений; фазовый анализ радиационных повреждений
Рентгеновская флюоресценция	Чувствительность до 0,0001 % для тяжелых элементов. Вторичные рентгеновские лучи могут возникать на глубине менее 10 мкм	Неразрушающий количественный анализ элементов, тяжелее кислорода
Акустическая микроскопия	Менее 0,5 мкм	Исследование тонких пленок
Эллипсометрия	–	Исследование процессов адсорбции, коррозии, микронеоднородностей на поверхности (с помощью луча лазера), состава анизотропных поверхностей и пленок
Измерение микротвердости	Увеличение до 480 крат	Исследование отдельных структурных составляющих и тонких поверхностных слоев
Метод контактной разности потенциалов	–	Оценка поверхностной энергии твердого тела, на основе

		которой проводятся исследования адсорбционных явлений, формирования граничных слоев смазки и пластификации поверхностных слоев материала

6.1.3. Требования к методам установления предельного износа изделий

Методы устанавливают требования к способам определения предельного износа, обеспечивающего требуемый уровень безопасности изделий и их составных частей, а также предельных зазоров в сопряжениях (в соответствии с ГОСТ 30479–97).

Распространяются на изделия и их составные части, работающие в условиях трения и износа, при которых необходимо обеспечивать безопасность эксплуатации.

В этом же ГОСТе подробно описаны общие положения о критериях и параметрах предельного износа в зависимости от вида и функционального назначения изделия, многообразные факторы, учитывающие предельный износ.

Прямыми и косвенными критериями определения допустимого верхнего предела внешнего воздействующего фактора являются:

сохранение вида контакта;

резкое повышение температуры в зоне трения;

сохранение вида изнашивания;

увеличение момента трения;

возникновение заеданий;

изменение места разрушения и его характера.

Описаны требования к методам установления предельного износа и риска безопасности, приведены рекомендуемые методы определения износа при заданной величине риска (время эксплуатации или наработки до ремонта).

Эти методы следует использовать, когда:

по результатам испытаний установлены вид изнашивания и скорость изнашивания;

определена периодичность ремонтов или задан срок службы изделия;

установлена предельная величина износа по элементу изделия, лимитирующему его безопасность.

Подробно описан метод определения предельного износа с учетом случайных факторов. Его следует использовать при определении предельного значения параметра безопасности для конкретного момента времени, которое может быть сроком службы, временем проведения ремонта и т.п.

Приведены конкретные примеры расчета изнашиваемых деталей и изделий.

6.2. Методы испытаний на абразивный износ

6.2.1. Испытание на абразивное изнашивание при трении о закрепленные абразивные частицы

Метод устанавливает правила и порядок испытаний на абразивное изнашивание и определения относительной износостойкости черных и цветных металлов (в соответствии с ГОСТ 17367–71).

Суть метода: производят трение испытуемого и эталонного образцов о поверхность с закрепленными на ней абразивными частицами (абразивная шкурка) при статической нагрузке и отсутствии нагрева.

Машины трения для проведения испытаний должны соответствовать следующим требованиям:

обеспечивать трение торца цилиндрического образца по поверхности абразивной шкурки по спирали Архимеда в направлении от центра диска к периферии;

радиальная подача образцов на каждый оборот диска должна составлять 1 мм;

скорость трения образцов на абразивной шкурке не должна вызывать нагрев материала в процессе испытаний, приводящий к изменению его свойств;

образец должен прижиматься к поверхности абразивной шкурки под действием заданной статической нагрузки.

В качестве материала эталонного образца принимают:

при испытании металла с твердостью менее HV 150 – алюминий технически чистый в отожженном состоянии;

при испытании металлов с твердостью HV 150 и выше – железо технически чистое в отожженном состоянии.

Тип абразива абразивной шкурки выбирают следующим образом:

при выявлении связи относительной износостойкости испытуемого материала с его физическими свойствами твердость абразивного материала должна превышать твердость испытуемого материала не менее, чем в 1,6 раза;

при определении относительной износостойкости испытуемого материала при действии кварцевого песка применяют кремневую шлифовальную шкурку по ГОСТ 5009–68 зернистости абразивного материала № 6 по ГОСТ 3647–59.

Для испытаний применяют гладкие цилиндрические образцы диаметром

2±0,1 мм и длиной 15–20 мм. Шероховатость рабочей и боковой поверхностей образцов должна быть не грубее R_a 40 мкм чистоты по ГОСТ

2789–73, на них не должно быть следов коррозии, окалины, цветов побежалости, если это не предусмотрено техническими условиями.

Относительная износостойкость вычисляется по приведенной в ГОСТ 17367–71 формуле.

6.2.2. Испытание материалов на износостойкость при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы

Метод устанавливает правила определения величины абразивного изнашивания материалов при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы (в соответствии с ГОСТ 23. 208–79).

Метод распространяется на материалы и покрытия твердостью менее HV140 и на пористые материалы со средним размером пор менее 0,1 мм, а также на покрытия с твердостью, изменяющейся на глубине 0,3 мм менее, чем на 10%.

Суть метода: производят трение образцов исследуемого и эталонного материалов при одинаковых условиях об абразивные частицы. Частицы подают в зону трения и прижимают к образцу вращающимся резиновым роликом, измеряют износ образцов испытываемого и эталонного материалов, а износостойкость испытываемого материала оценивают сравнением его износа с износом эталонного образца.

В ГОСТ 23.208–79 приведены и описаны схема испытательной установки (в соответствии с ГОСТами на отдельные детали), форма и размеры исследуемых и эталонных образцов (с учетом ГОСТов 10356–63 и 2789–73), а также рекомендуемые абразивные материалы (по ГОСТ 3647–71) и промывочные материалы (с соответствующими ГОСТами).

Описаны порядок подготовки к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов исследований.

6.2.3. Испытание на ударно-абразивное изнашивание

Метод устанавливает правила и порядок испытаний на ударно-абразивное изнашивание металлов, их сплавов, композиций на металлической основе, вызванное многократными прямыми ударами изнашивающейся поверхности об абразивную прослойку (в соответствии с ГОСТ 23.207–79).

Кроме того распространяется на композиции на металлической основе, металлические покрытия твердостью более HV100, на пористые материалы со средним размером пор менее 0,10 мм, а также на покрытия толщиной более 0,60 мм.

Суть метода: повторные удары образцом производят через слой твердых абразивных частиц по неподвижной наковальне с заданными энергией удара, скоростью и частотой соударений и оценивают относительную износостойкость материала сравнением износа исследуемых и эталонных образцов, испытываемых в идентичных условиях.

В ГОСТ23.207–79 описана схема испытательной установки, эталонные образцы, используемые абразивные материалы (по ГОСТ 3647–71) и промывочные материалы. Там же указан порядок подготовки к испытаниям, их проведения, обработки результатов по определению износостойкости.

6.2.4. Испытание материалов на изнашивание при ударе в условиях низких температур

Метод устанавливает правила определения величины изнашивания, вызванного многократными прямыми ударами об абразивную или металлическую поверхность в условиях низких температур (в соответствии с ГОСТ23.212–79).

Распространяется на металлические материалы и металлические покрытия с твердостью более HV100, композиционные материалы на металлической основе и покрытия толщиной более 0,4 мм.

Суть метода: по охлажденному до заданной температуры образцу проводят удары с заданной энергией, частотой и скоростью соударения металлическим контробразцом непосредственно или через абразивную ленту и оценивают относительную износостойкость материалов путем сравнения износа исследуемых и контрольных образцов. При этом последние испытывают в идентичных условиях при нормальной температуре.

Износ образцов определяют взвешиванием или измерением линейных размеров до и после испытаний.

В ГОСТ 23-212–82 приведенs и описанs схема испытательной установки, форма и размеры контрольных образцов, которые изготовляют из стали 45 (по ГОСТ 1050–74) с твердостью HV 190–220. Для испытаний при ударе через абразивную ленту изготовляют контробразцы из стали с твердостью HV 520–580 (ГОСТы 2999–75 и 1050–74)диаметром 8 мм и длиной 25 мм. Приведены промывочные и охлаждающие жидкости (с указанием соответствующих ГОСТов).

Абразивная лента изготавливается из тканевой шлифовальной шкурки (по ГОСТ 5009–82) с абразивным материалом из электрокорунда марки 15А (по ГОСТ 3647–80).

Оценка износостойкости в конкретных условиях изнашивания возможна абразивными лентами, изготовленными из шлифовальных шкурок других наименований, либо проведением испытаний при ударе непосредственно по образцу контробразцами, изготовленными из материалов, применяемых при эксплуатации.

В ГОСТ 23.212–82 описаны порядок подготовки образцов к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов испытаний. Приведены рекомендуемые формы протоколов и результатов испытаний.

6.2.5. Испытание на износостойкость материалов и деталей при гидроэрозионном изнашивании дисперсными частицами

Метод устанавливает правила испытаний стойкости материалов и деталей к гидроэрозионному изнашиванию при соударении с жидкими частицами без учета химического и температурного воздействия жидкости для получения характеристик износостойкости образцов, а также оценки и прогнозирования износостойкости деталей (в соответствии с ГОСТ 23.219–84).

Распространяется на металлические, керамические, полимерные и композиционные материалы, покрытия и элементы деталей.

Суть метода: вращающиеся образцы повреждаются в результате соударения с потоком жидких частиц, создаваемых генератором частиц, на роторной установке при форсированных режимах испытаний.

В ГОСТ 23.219–84 приведены схема и подробное описание установки для испытаний, даны ее технические характеристики (давление, скорость вращения ротора, температура и т.д. в соответствии с ГОСТами).

Приведены материалы, форма, размеры эталонных образцов и образцов из исследуемых материалов и материалов с покрытиями, образцы элементов деталей.

Статистическая оценка результатов испытаний проводится по рекомендациям ГОСТов 11.002–73, 11.004–74, 11.005–75, 11006–75, 14359–69.

В ГОСТ 23.219–85 описаны порядок подготовки образцов к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов испытаний. В приложении к этому ГОСТу приведены расчетные формулы оценки износостойкости.

6.2.6. Испытание материалов и покрытий на газоабразивное изнашивание с помощью с центробежного ускорения

Метод устанавливает правила испытания металлических материалов и покрытий на абразивное изнашивание в потоке твердых частиц (в соответствии с ГОСТ 23.201–78).

Применяется для материалов и покрытий твердостью более HV200, для пористых материалов со средним размером пор менее 0,02 мм и покрытиq толщиной более 0,3 мм.

Суть метода: на испытуемые и эталонные образцы одновременно воздействуют потоком твердых частиц, создаваемым центробежным ускорителем со стандартными рабочими размерами, при фиксированных режимах испытаний и измеряют величину износа исследуемых и эталонных образцов.

Износостойкость материала оценивают путем сравнения его износа с износом эталонного образца.

В ГОСТ 23.201–78 описаны испытательные машины типа ЦУК и материалы (ГОСТ 6139–78), применяемые в данном методе, определен порядок подготовки образцов к испытанию (ГОСТы 2999–75 и 5382–73),

проведения испытаний и обработки их результатов. Приведены рекомендуемые формы протоколов испытаний.

6.3. Методы испытаний на трение и истирание

6.3.1. Измерение износа деталей трущихся сопряжений

Методы устанавливают правила непрерывного или периодического измерения износа деталей трущихся сопряжений при лабораторных испытаниях или в процессе их эксплуатации (в соответствии с ГОСТ 27860–88).

Ниже рассмотрены детали машин, для которых предусмотрены различные измерения износа:

1. Детали из металлических конструкционных материалов на основе железа, меди и их сплавов и композиций с содержанием других элементов не более 20% (мас.).

Методы измерения износа рекомендуется применять для контроля износа при переходных процессах типа приработки.

Суть методов: измеряют уменьшение интенсивности гамма-излучения, предварительно активированного в месте измерения износа поверхностного слоя (метод поверхностной активации) или торцевых поверхностей, прилегающих к поверхности износа (метод радиоактивных марок).

2. Металлические и неметаллические детали трущихся сопряжений.

Суть методов: проводят активационный и спектральный анализы смазочного материала, в котором остаются продукты изнашивания при смазывании жидким или пластичным смазочным материалом (при наличии возможности отбора проб смазочного материала).

3. Металлические и неметаллические детали или образцы фрикционных сопряжений.

Методы не распространяются на пластическую деформацию поверхности трения. В этом случае измеряют контур лунки, поскольку она может являться эффективным концентратором напряжений.

Суть методов: измеряют длину предварительно вырезанной на трущихся поверхностях лунки, уменьшающейся в результате изнашивания.

4. Рабочие поверхности трения деталей машин и образцы, размеры и формы которых допускают профилографирование.

Суть методов: профилографируют детали машин и образцов и измеряют разницу высот профиля до и после изнашивания.

При использовании этих методов применяют приборы, указанные в ГОСТ 27860–88, где приведены их схемы, описание работы и соответствующие ГОСТы на оборудование и сопутствующие материалы. Подробно описаны подготовка к измерениям, порядок их проведения и обработка результатов, представлены таблицы расчетов, указаны требования

техники безопасности, рекомендуемые формы протоколов измерений износа, даны примеры измерения износа различными методами.

6.3.2. Оценка истирающей способности поверхностей при трении

Метод устанавливает правила оценки истирающей способности обработанных поверхностей при трении со смазочным материалом (в соответствии с ГОСТ 23204–78).

Применяется для материалов с твердостью более HV 300.

Суть метода: радиальной поверхностью цилиндрического образца испытываемого материала изнашивают плоскую поверхность эталонного образца при заданных условиях и измеряют износ в процессе испытаний. Об истирающей способности поверхности судят по значениям параметров линейной функции, аппроксимирующей зависимость интенсивности изнашивания от давления.

В ГОСТ 23.204–78 описаны испытательная установка, форма и размеры эталонного и испытываемого образца (по ГОСТ 10007–72). Приведены смазочные и промывочные материалы (с указанием соответствующих ГОСТов). Описаны порядок подготовки к испытаниям, их проведения, обработки результатов.

6.3.3. Испытание материалов на изнашивание при фреттинге и фреттинг-коррозии

Метод устанавливает правила оценки изнашивания при фреттинге и фреттинг-коррозии со смазочными материалами и без них (в соответствии с ГОСТ 23.211–80).

Распространяется на металлические и неметаллические материалы и покрытия.

Суть метода: цилиндрический подвижный образец (контробразец), соприкасающийся торцом с неподвижным цилиндрическим образцом из исследуемого материала при заданном давлении, приводят в возвратно-вращательное движение с заданными амплитудой и частотой, измеряют износ неподвижного образца за заданное количество циклов, по значению которого определяется изнашиваемость исследуемого материала.

В ГОСТ 23.211–80 приведены схема и описание установок типа МФК-1, приборы, необходимые для проведения испытаний, промывочные и смазочные жидкости (ГОСТы 19299–73, 443–76, 2603–79).

Описаны порядок подготовки и проведения испытаний, а также обработка результатов испытаний. Приведены формы протоколов испытаний материалов на изнашивание при фреттинг-коррозии.

6.3.4. Испытание на трение и изнашивание при смазывании маслохладоновыми смесями

Метод устанавливает правила определения величины изнашивания материалов при испытании трением (в соответствии с ГОСТ 23.216–84) в сочетании со смазыванием смесями масел для холодильных машин с хладагентами.

Метод распространяется на металлические и неметаллические материалы.

Суть метода: прижатые друг к другу с заданным усилием испытываемые образцы перемещают в среде маслохладоновой смеси при заданных давлениях хладагента и регистрируют линейный износ образцов, силу (момент) трения, температуру образцов и маслохладоновой смеси.

В ГОСТ 23.216–84 приведены схемы с подробным описанием устройства и порядка работы на установке для триботехнических испытаний при возвратно-поступательном движении образцов, на установке для триботехнических испытаний при вращательном движении образцов, описано устройство и принцип его работы для непрерывной регистрации суммарного линейного износа контактирующих образцов. Приведены также рекомендуемые методы измерения износа, такие как:

методы вырезанных лунок (ГОСТ 17534–72);

методы отпечатков (ГОСТ 9377–81).

Приведены форма и размеры образцов для испытаний, схемы испытаний на указанных установках, промывочные жидкости (с соответствующими ГОСТами).

Описаны порядок подготовки к испытаниям, их проведения, а также обработка результатов.

6.3.5. Оценка износостойкости восстановленных деталей

Методы устанавливают правила оценки износостойкости при изнашивании образцов соответствующих материалов и покрытий на испытательных установках (в соответствии с ГОСТ 23.224–86).

Распространяются на восстановленные детали подвижных сопряжений, изнашивающиеся в процессе эксплуатации.

Не распространяются на полимерные покрытия и покрытия с порами размером более 0,05 мм с истирающей способностью, превышающей соответствующий показатель новой детали более, чем на 20%, а также на испытания зубчатых пар.

В соответствии с ГОСТ 23.224–86 устанавливаются 4 группы методов испытаний.

Группа А – сравнительные экспресс-испытания.

Испытания предназначены для предварительного отбора вариантов технологии восстановления, подлежащих последующим испытаниям методами групп Б, В, Г, а также для контроля стабильности технологических процессов.

Суть метода: определяют соотношение интенсивностей изнашивания исследуемой (восстановленной) и эталонной поверхностей, испытываемых при заранее установленных идентичных условиях.

Испытания этой группы проводят в соответствии с требованиями ГОСТов 23.206–79, 23.211–80, 23.220–84, 23.224–86.

Группа Б – моделирующие испытания.

Суть метода: оценивают интенсивность изнашивания в эксплуатационных условиях пересчетом результатов лабораторных или стендовых испытаний через масштабные коэфициенты или коэффициенты ускорения.

Эти испытания предназначены для оценки работоспособности материалов в условиях, вызывающих наибольшее изнашивание.

Группа В – ускоренные ресурсные испытания (в соответствии с ГОСТ 23.205–79 и с ГОСТ 23.224–86).

Суть метода: оценивают и контролируют ресурс сопряжения применительно к заданным условиям эксплуатации.

Группа Г – испытания по ГОСТам 23.215–84, 23.222–85, 23.224–86.

Суть метода: определяют диапазон нагрузок, скорости скольжения и температуры, обеспечивающие приемлемые в эксплуатации значения интенсивности изнашивания.

В ГОСТ 23.224–86 приведены схемы и описание следующих установок:

для исследования торцевых пар трения;

для испытания восстановленных сопряжений шарнирного типа;

для испытания восстановленных сопряжений типа «кольцо-гильза» цилиндра;

для сравнительных триботехнических испытаний восстановительных покрытий по схеме «диск-пальцы»;

приставки для измерения сил трения;

устройства для получения и подачи в зону трения абразивно-масляной взвеси.

Также приведена схема ориентации образца на профилометре для метода определения износа профилографированием.

В приложении к ГОСТ 23.208–86 изложен дополнительный метод приработки и испытаний на прирабатываемость восстановленных сопряжений. Приведены формы протоколов испытаний в соответствии с ГОСТами 23.205–79 и 23.224–86.

В ГОСТ 23.224–86 указаны смазочные и промывочные материалы (с соответствующими ГОСТами).

6.3.6. Оценка истирающей способности поверхностей восстановленных валов

Метод устанавливает правила экспериментальной оценки истирающей способности поверхности восстановленных валов на длине вдоль

цилиндрической образующей не менее 30 мм после их конечной обработки (в соответствии с ГОСТ 23.220–84).

Распространяется на поверхности восстановленных валов диаметров от 10 до 100 мм из металлических материалов с шероховатостью не менее 0,16 мм (ГОСТ 2789–73) и твердостью HV не менее 30.

Суть метода: истирают поверхности образцов из эталонного материала и из цилиндрической поверхности восстановленного вала при заданных условиях трения со смазыванием. Об истирающей способности вала судят по среднему линейному износу образцов за определенный путь трения.

В ГОСТ 23.220–84 приведена схема конструкции прибора для определения истирающей способности восстановленной поверхности вала и отдельных его узлов. Подробно описан принцип его работы. Показаны форма и размеры образцов, приведены смазочные и промывочные материалы (с соответствующими ГОСТами).

Описаны порядок подготовки образцов к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов испытаний.

6.3.7. Оценка противозадирных свойств машиностроительных материалов

Методы устанавливают правила совокупной оценки показателей противозадирной стойкости машиностроительных материалов в сочетании со смазочными маслами или пластичными смазочными материалами при трении в условиях несовершенной смазки тяжело нагруженных опор при скоростях скольжения, не вызывающих фрикционный разогрев (в соответствии с ГОСТ 23.213–82).

Распространяются на металлические материалы и металлические покрытия твердостью более HB15, а также на пористые материалы с размером пор менее 0,05 мм.

В соответствии с ГОСТ 23.213–82 устанавливается 3 метода испытаний.

Метод А – распространяется на материалы твердостью не менее HRC 50.

Его используют для оценки несущей способности граничных слоев смазочных материалов (порога внешнего трения).

Суть метода: на образец исследуемого металлического материала наносят исследуемый смазочный материал. По его поверхности двигают сферический индентор под нагрузкой, возрастающей при его перемещении. Регистрируют силу трения и глубину внедрения индентора, по значениям которых в момент скачкообразного возрастания силы трения судят о несущей способности граничных слоев смазочных масел.

Метод Б – используют для оценки противозадирной стойкости любых металлических материалов.

Суть метода: прижимаемые друг к другу возрастающей с перемещением нагрузкой образец и контробразец из исследуемых материалов смещают относительно друг друга на величину, достаточную для возникновения заедания, и регистрируют в момент его возникновения силу трения. Измеряют геометрические характеристики повреждений поверхностей и микротвердость деформированных при заедании участков поверхности трения, по значениям которых судят о противозадирной стойкости материала.

Метод В – используют для оценки стойкости к схватыванию любых металлических материалов.

Суть метода: два установленных противоположно контробразца (ролики с параллельно расположенными осями) и находящийся между ними цилиндрический образец с осью, перпендикулярной плоскости осей роликов, приводят в относительное перемещение в направлении нормали к плоскости осей роликов. При этом по мере перемещения увеличивают усилие прижатия роликов к образцу и угол их поворота, измеряют усилие перемещения и характеристики микрогеометрии поверхностей, по которым судят о стойкости к схватыванию материалов.

В ГОСТ 23.213–83 описана схема установки, которую используют в комплекте с разрывными испытательными машинами, соответствующими требованиям ГОСТ 7855–77. Приведены размеры, форма и материал образцов, применяемые для всех видов испытаний (качество образцов должно соответствовать требованиям ГОСТ 3722–81 и 801–78), указаны промывочные жидкости (с соответствующими ГОСТами).

В ГОСТ 23.213–83 указаны также порядок подготовки к испытаниям, их проведение, а также обработка результатов.

6.4. Метод ускоренных ресурсных испытаний с периодическим форсированием режима

Метод устанавливает правила ускоренных ресурсных испытаний для ориентировочной оценки ресурса испытываемого образца изделия до достижения заданного предельного значения заданного параметра или для оценки его значения, соответствующего заданной наработке изделия в нормальном режиме (в соответствии с ГОСТ 23.205–79).

Для разработки методик ускоренных испытаний конкретных видов продукции в ГОСТ 23.205–79 приведен перечень исходных данных.

Суть метода: испытания каждого образца проводят при последовательном ступенчатом чередовании нормального и форсированного режимов эксплуатации. Параметры форсированного режима экстрапалируют на условия нормального режима и производят ориентировочную оценку ресурса изделия.

В ГОСТ 23.205–79 приведен порядок проведения испытаний, обработки и оценки результатов. Приведены принятые стандартные обозначения показателей.

6.5. Метод определения энергоемкости при пластической деформации металлических материалов

Метод устанавливает правила определения энергоемкости металлических материалов и сплавов при испытании образцов на растяжение (в соответствии с ГОСТ 23.218–84).

Метод не распространяется на металлические покрытия и композиции на металлической основе, имеющие анизотропию свойств материала по сечению образца от поверхности к центру (например, стали, подвергнутые поверхностному упрочнению – цементации, азотированию и т.д.).

Суть метода: цилиндрический образец из исследуемого материала подвергают растяжению, затем определяют количество энергии, поглощенной единицей объема материала образца при пластической деформации до разрушения.

Энергоемкостью материалов оценивают износостойкость деталей при абразивном изнашивании без проведения испытаний (см. приложение к ГОСТ 23.218–84).

Образцы на растяжение испытывают на машинах любых типов, соответствующих требованиям ГОСТ 1497–84. Форма, размеры образцов и требования к их изготовлению приведены в том же ГОСТе.

В соответствии с рекомендуемым приложением к ГОСТ 23.218–84 метки на образцах, определяющие размеры базы, и отпечатки для измерения деформации образцов наносят с использованием приборов для определения твердости методом Виккерса (ГОСТ 2999–75), оснащенных координатным столиком. Образцы нагружают по ГОСТ 1497–84, регистрируя усилия на образце и его деформацию до разрушения. По диаграмме растяжения определяют энергоемкость при пластической деформации материала.

Сравнительную оценку износостойкости материалов без испытаний на абразивное изнашивание в одинаковых условиях при трении о закрепленный абразив проводят по номограмме в координатах твердость – износостойкость в зависимости от энергоемкости при пластической деформации в отожженном и в исследуемом структурном состояниях.

В ГОСТ 23.218–84 приведены показатели, описывающие энергоемкость материала, принципиальная схема устройства для нанесения отпечатков на образцах, даны формы протоколов испытаний.

ГЛАВА 7. Методы контроля качества порошковых металлических материалов

Методы порошковой металлургии позволяют создавать принципиально новые материалы, которые сложно или даже невозможно получать другими способами.

Технологический процесс изготовления изделий из порошков включает в себя получение порошков, подготовку шихты, формование, спекание, горячее прессование и штамповку. Дополнительной обработкой является пропитка деталей смазками.

Конструкционные детали являются наиболее распространенным видом продукции порошковой металлургии.

Методы порошковой металлургии используются при изготовлении твердых сплавов, которые состоят из карбидов тугоплавких металлов и цементирующего металла – кобальта, играющего роль связки. Твердые сплавы используют в основном в качестве инструментальных материалов.

7.1. Методы контроля металлических порошков

7.1.1. Отбор проб порошков

Методы устанавливают правила и порядок отбора проб порошков, применяемых в порошковой металлургии (в соответствии с ГОСТ 23148–98 с учетом ИСО 3954-77).

Применяют при разделении пробы на несколько проб для испытания.

Используют следующие термины:

партия – количество порошка, полученного в однородных условиях;

точечная проба – количество порошка, взятого за один раз при отборе проб от одной и той же партии порошка;

объединенная проба – количество порошка, объединяющее все точечные пробы от одной и той же партии порошка;

представительная проба – объединенная проба после перемешивания или представительная часть этой пробы. Указанная проба может быть получена разделением всей партии на части. Независимо от способа получения проба должна быть тщательно гомогенизирована;

проба для испытания – количество порошка, взятого от представительной пробы для определения одного какого-либо свойства или для получения образцов. Такую пробу получают, как правило, делением;

навеска для испытания – количество порошка, взятого от пробы для проведения испытания;

образец – изделие определенной формы, полученное из пробы для испытания.

Методы регламентируют следующие процессы:

отбор точечных проб от порошков в упаковках;

отбор проб в процессе разгрузки методом непрерывного потока;

отбор проб от партии порошка после усреднения или при делении партии;

общие требования к отбору точечных проб;

процесс отбора проб;

разделение проб.

Приведены различные виды пробоотборных трубок и устройства для разделения партий порошков.

7.1.2. Определение текучести порошков

Метод устанавливает правила определения текучести металлических порошков (в соответствии с ГОСТ 20899–98).

Распространяется на металлические порошки и порошки, содержащие неметаллические добавки.

Суть метода: определяют время истечения порошков из воронки, самопроизвольно просыпающихся через калиброванное выходное отверстие.

Отбор проб производится по ГОСТ 9721–71. Описаны необходимое количество пробы по массе, технология ее приготовления для испытаний (режимы сушки, охлаждения).

Приведен перечень приборов и приспособлений с указанием соответствующих ГОСТов, в том числе воронка, которая должна быть из стали марки Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, твердостью не менее HV 140. Ее размеры приведены на рис. 112.

В ГОСТ 20899–98 описан порядок проведения испытаний по определению текучести порошка, приведена формула ее вычисления.

В приложении к этому ГОСТу изложены:

определение корректирующего коэффициента используемой воронки;

проверка корректирующего коэффициента используемой воронки и определения ее изношенности.

7.1.3. Определение удельной поверхности порошков

Метод устанавливает правила определения удельной поверхности металлического порошка, катализаторов и носителей от 0,05 до 1000 $м^2/г$ по тепловой десорбции газа (азота или аргона) в соответствии с ГОСТ 23401–90.

Суть метода: определяют объемы газа, сначала предварительно адсорбированного на поверхности анализируемой пробы из потока рабочей газовой смеси (азотно-гелиевой или аргоно-гелиевой) при температуре жидкого азота, затем десорбированного из нее при повышении температуры и последующем расчете удельной поверхности пробы.

Пробу отбирают по ГОСТ 23148–98.

Описаны установки для определения удельной поверхности проб (рис. 113).

Принципиально аналогичное устройство имеет установка при параллельном прохождении потока газовой смеси.

Подготовка к контролю состоит из следующих этапов:

установку проверяют на герметичность;

составляют рабочую газовую смесь;

выбирают оптимальную силу тока;

калибруют кран-дозатор;

определяют концентрацию газа-адсорбата в рабочей газовой смеси;

подготавливают детектор к измерениям и производят дегазацию пробы.

Подробно описаны проведение измерений, обработка результатов, а также рекомендуемые формы протоколов измерений удельной поверхности.

7.1.4. Определение формы частиц металлических порошков

Метод устанавливает правила определения микроскопическим способом формы частиц металлических порошков (в соответствии с ГОСТ 25849–83).

Суть метода: размеры проекций частиц определяют под микроскопом с последующим вычислением фактора формы.

Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23148–78.

Аппаратура: оптические или электронные микроскопы, автоматические анализаторы, оснащенные модулем «форм-сепаратор».

В ГОСТ 25849–83 описаны правила подбора увеличения микроскопа в зависимости от размеров измеряемых частиц. Там же приведены приспособления и материалы, необходимые для измерений (в соответствующими ГОСТами).

Подробно изложен процесс подготовки проб порошка – монослоев частиц на подложке –для просмотра под оптическим микроскопом и приготовления реплик для измерения размеров проекций частиц при использовании электронных просвечивающих микроскопов.

Для описания формы частиц используют факторы формы, представляющие собой отношения:

максимального линейного размера проекции частицы к ее минимальному размеру;

расстояния между касательными к крайним точкам проекций, параллельного направлению движения препарата, к хорде, делящей площадь проекции частицы на две равные части и параллельные направлению движения препарата;

периметра проекции частицы к площади ее проекции.

Даны методики определения размеров и формы частиц при работе вручную и в автоматизированном режиме. Показана схема измерения и учета частиц (рис. 114). При классификации форм частиц следует характеризовать их по типовым формам, приведенным на рис. 115.

Приведены рекомендуемые виды протоколов для результатов измерений.

7.1.5. Определение величины частиц порошков

Метод устанавливает правила определения размеров частиц, имеющих сферическую или полиэдрическую форму, металлических порошков в интервале от 1 до 100 мкм частиц под микроскопом (в соответствии с ГОСТ 23402–78)

Суть метода: измеряют и подсчитывают количество частиц под микроскопом визуально или автоматически.

За размер частицы принимают при визуальном измерении максимальную хорду частицы в горизонтальном или вертикальном направлении, при автоматическом измерении – хорду частицы в горизонтальном направлении.

Пробы для испытаний отбирают в соответствии с требованиями ГОСТ 23148–98.

Аппаратура: оптические или проекционные микроскопы, автоматические анализаторы изображений.

Указаны правила подбора увеличений микроскопа в зависимости от размера частиц. Также приведены приспособления и материалы, необходимые для измерений (с соответствующими ГОСТами).

Подробно описаны порядок подготовки препаратов из проб (монослоев частиц на подложке) и проведения испытаний. Приведены формулы подсчета количества и величины частиц, обработка результатов измерений, рекомендуемые формы протоколов записи измерений.

В Приложении к ГОСТ 23402–78 приведены примеры гранулометрического состава порошка, определенного микроскопическим способом при трех увеличениях и наблюдении отдельных полей зрения на микрофотографиях.

7.1.6. Определение насыпной плотности порошков

Метод устанавливает правила определения насыпной плотности металлических порошков (в соответствии с ГОСТ 19440–94).

Суть метода: заполняют постоянную емкость порошком через воронку или систему воронок с пластинками (волюмометр) с последующим определением массы порошка и вычислением насыпной плотности.

Пробу отбирают и приготавливают по ГОСТ 9721–71. Указано необходимое количество пробы по массе, описана технология ее приготовления для испытаний (режимы сушки, охлаждения и др.).

Аппаратура: схема установки для определения насыпной плотности порошков, самопроизвольно истекающих из воронки с определенным диаметром отверстия, представлена на (рис. 116). В ГОСТ 19440–94 дано ее подробное описание. Схема волюмометра для определения насыпной плотности порошков, не истекающих самопроизвольно из воронки, приведена на (рис. 117).

Указаны сопутствующие приборы и приспособления.

Описан порядок определения насыпной плотности с помощью воронки и на волюмометре.

Приведены формулы обработки результатов при определении насыпной плотности.

7.1.7. Определение уплотняемости порошков

Метод устанавливает правила определения уплотняемости металлических порошков (в соответствии с ГОСТ 25280–90).

Распространяется на порошки металлов, порошковые сплавы, порошковые смеси.

Не распространяется на порошки из твердых сплавов.

Суть метода: плотность прессовок, изготовленных из металлических порошков, определяют при заданных давлениях двустороннего прессования в цилиндрической или прямоугольной пресс-формах.

Отбор и подготовку проб производят в соответствии с ГОСТ 23148–98.

Аппаратура: пресс-формы для получения цилиндрических и прямоугольных заготовок, схемы которых представлены на рис. 118 и 119. Каждая пресс-форма должна обеспечивать изготовление заготовок определенных размеров, указанных в ГОСТе. Матрицы и пуансоны пресс-форм должны быть изготовлены из твердых сплавов или инструментальной стали твердостью не менее 55 HRC.

Допускается использовать оснастку другой конструкции, позволяющей изготовлять прессовки тех же размеров, но точность определения уплотняемости порошков необходимо контролировать с помощью базисной пресс-формы.

Для прессования применяется пресс, обеспечивающий усилие до 500 кН и погрешность измерения усилия не более 2% и постоянную скорость возрастания усилия не более 50 кН/с.

Проведение испытаний: массу навески порошка, обеспечивающую получение цилиндрических или прямоугольных прессовок, вычисляют по приведенным в ГОСТе формулам.

Подробно описан порядок изготовления прессовок и определения их уплотняемости. Последовательность операции при прессовании и выталкивании прессовок приведена на рис. 120.

Прессовки получают при давлениях 200; 400; 500; 600 и 800 МПа. Другие давления прессования устанавливают в НТД на конкретную марку порошка.

Приведены формула расчета плотности прессовок, формы заполнения протоколов испытаний.

Допускается определять уплотняемость металлических порошков по ИСО 3927–77, приведенному в рекомендуемом приложении к ГОСТ 25280–90 «Порошки металлические (кроме порошков твердых сплавов). Определение прессуемости при одноосном сжатии».

Суть метода, изложенного в ИСО: двустороннее прессование порошка в пресс-форме. Образцы порошка можно подвергать прессованию под однократным или многократным давлением. После выталкивания прессовки из пресс-формы определяют плотность порошка.

Значение плотности при однократном давлении характеризует прессуемость порошка при указанном давлении. Значения плотности при многократном давлении можно использовать для вычерчивания кривой прессуемости порошка, т.е. графика плотности как функции давления прессования.

В Приложении к ИСО указаны качество и размеры пресс-форм, пуансонов. Приведены необходимые мощности прессов, порядок отбора проб и проведения испытаний (аналогичные ГОСТ 25280–90), формулы расчетов плотности и формы протоколов испытаний.

7.1.8. Определение плотности порошков после утряски

Метод устанавливает правила и порядок определения плотности металлических порошков после утряски их в мерном цилиндре (в соответствии с ГОСТ 25279–93).

Суть метода: определенную массу порошка встряхивают в мерном цилиндре до установившегося значения объема, занимаемого порошком, с последующим вычислением его плотности.

Пробы отбирают и готовят по ГОСТ 23148–78.

Массу пробы испытывают в зависимости от насыпной плотности порошка (см. таблицу в ГОСТ 25279–93). Порошок испытывают в воздушно-сухом состоянии. Указаны правила и технология сушки некондиционных по влажности порошков.

Приведены приборы и необходимые приспособления для испытаний, порядок их проведения, а также обработка результатов расчета плотности после утряски.

7.1.9. Определение плотности формовок из порошков

Метод устанавливает правила и порядок определения плотности формовок из металлических порошков (в соответствии с ГОСТ 25281–82).

Суть метода: массу формовки на воздухе и в воде измеряют с последующим определением ее объема и плотности.

Метод не распространяется на формовки из твердых сплавов, изготовленные методом порошковой металлургии.

Описаны метод отбора образцов, объем образца для испытания (не менее 0,5 см^3), количество испытуемых образцов и качество их поверхности. Приведены схемы необходимых приспособлений и материалы (с указанием соответствующих ГОСТов), описан порядок проведения испытаний образцов и обработка результатов, даны формулы расчета плотности формовки.

7.1.10. Определение прочности прессовок из порошков

Метод устанавливает правила определения предела прочности при изгибе прессовок, изготовленных из металлических порошков, порошков сплавов и порошковых смесей (в соответствии с ГОСТ 25282–93).

Суть метода: прессовки изготавливают и испытывают поперечным изгибом при равномерно возрастающей сосредоточенной нагрузке с вычислением значения предела их прочности.

В ГОСТ 23148–78 описаны правила отбора образцов, требуемая плотность прессовок с учетом плотности прессуемых деталей, размеры прессовок для проведения испытаний.

Приведены описания и схемы аппаратуры: пресс-формы и устройства для нагружения прессовок (рис. 121), применяемые материалы (с соответствующими ГОСТами).

Описаны подготовка к испытаниям прессовок и порядок их проведения. Рассмотрена последовательность операций прессования и выталкивания (рис. 122). Приведены порядок обработки результатов и формулы для расчета предела прочности прессовок при изгибе ($\sigma_{изг}$, МПа), рекомендуемые формы протоколов результатов испытаний.

7.2. Методы контроля механических свойств спеченных материалов и твердых сплавов

7.2.1. Отбор образцов для испытаний на растяжение спеченных материалов

Метод устанавливает (в соответствии с ГОСТ 18227–98 с учетом ИСО 2740–86):

размеры полости матрицы пресс-формы, применяемой для изготовления прессованием и спеканием образцов для испытаний на растяжение, и некоторые размеры образцов, полученных из этой матрицы;

размеры образцов для испытаний на растяжение, изготовленных механической обработкой из спеченных матриалов (в сответствии с ГОСТ 1497–84 с учетом ИСО 6892:1998).

Указаны правила прессования и спекания образцов для испытаний, требования к матрице (материал, поверхностная обработка, обеспечение условий двустороннего прессования). На рис. 123 приведены схемы матрицы из твердого сплава и инструментальной стали.

Механически обработанные образцы для испытаний должны иметь цилиндрическую рабочую часть с размерами, соответствующими ГОСТ 1497–84.

Для спеченных изделий рекомендуется использовать образец для испытаний с двумя переходными частями на каждом конце. Радиус сопряжения R_2 рабочей части с переходным участком головки образца должен быть от 1,5 до 5 мм (рис. 124).

Место вырезки заготовок для изготовления образцов из готовых изделий, виды и режимы механической обработки должны быть указаны в нормативно-технической документации на конкретные изделия.

Допускается испытание плоских образцов, изготовленных механической обработкой из листовых плоских материалов, получаемых прокаткой металлических порошков и последующим их спеканием в виде готовых изделий. Размеры этих образцов должны соответствовать ГОСТ 1497–84. Способы и виды механической обработки, размеры образцов, если они не соответствуют ГОСТ 1497–84, должны быть указаны в нормативно-технической документации на конкретное изделие.

Образцы должны быть испытаны на растяжение по ГОСТ 1497–84.

7.2.2. Определение модуля упругости (модуля Юнга) спеченных твердых сплавов

Метод устанавливает правила определения динамического (адиабатического) модуля упругости (модуля Юнга) спеченных твердых сплавов (в соответствии с ГОСТ 25095–82).

Суть метода: возбуждают продольные ультразвуковые колебания и определяют собственную резонансную частоту колебаний контролируемого объекта.

Пробы при испытании смеси карбида и связующего металла отбирают по ГОСТ 20559–75.

Описаны формы и размеры образцов (круглые или прямоугольные, длиной 60–65 мм), требуемое качество их поверхности.

Аппаратура: для определения модуля Юнга применяют прибор, состоящий из приспособлений и устройств, показанных на рис. 125.

Описаны порядок проведения испытаний и обработка результатов, приведены формула вычисления модуля Юнга, рекомендуемая форма протокола результатов испытаний.

7.2.3. Испытание на радиальное сжатие порошковых материалов

Метод устанавливает правила определения предела прочности при радиальном сжатии образцов из порошковых материалов при температуре (20 ± 10) °С, (в соответствии с ГОСТ 26529–85).

Метод не распространяется на порошковые твердые сплавы и материалы на основе тугоплавких соединений.

Суть метода: максимальную нагрузку, предшествующую разрушению образца или появлению в нем трещин при радиальном сжатии, определяют вычислением максимального напряжения, возникающего в образце под действием этой нагрузки.

Подготовка образцов к испытаниям проводится по нормативно-технической документации на порошковые материалы.

Приведены форма образцов (полые цилиндры определенных размеров), виды их механической обработки, пропитка их маслом, качество поверхности образцов (в соответствии с ГОСТ 25347–82).

В качестве аппаратуры применяют любую универсальную испытательную машину для испытаний на сжатие с погрешностью не более 1% (ГОСТ 7855–74). Приведены вспомогательные устройства и их технические характеристики.

Описаны порядок проведения испытаний, обработка результатов и вычисление предела прочности радиального сжатия по приведенным формулам.

В приложениях к ГОСТ 26529–85 рассмотрен конкретный пример определения связи предела прочности при радиальном сжатии ($\sigma_{в(р.с)}$) с пределом прочности при поперечном изгибе материала ($\sigma_{изг}$), из которого получен образец, приведены формулы расчетов и погрешность метода.

7.2.4. Определение предела прочности и предела текучести при сжатии спеченных твердых сплавов

Метод устанавливает правила определения предела прочности и предела текучести при сжатии твердых спеченных сплавов (в соответствии с ГОСТ 27034–86 с учетом ИСО 4506–79).

Суть метода: к образцу, помещенному между двумя параллельно расположенными опорами, прикладывают нагрузку в осевом направлении до достижения ожидаемой деформации или до разрушения образца. Для этого применяют образцы типов I и II. Размеры образцов типа I приведены на рис. 126. Образец типа II – цилиндрической формы диаметром 8 мм и длиной 16 мм. Описаны требования к качеству поверхности испытываемых образцов.

Аппаратура: любые испытательные машины (прессы), которые при испытании на сжатие обеспечивают следующие условия испытания:

максимальная нагрузка на образец должна быть достаточной для его разрушения;

скорость приложения нагрузки должна быть равномерной.

В ГОСТ 27034–86 приведены порядок выполнения испытаний, обработка результатов, расчетные формулы для определения пределов текучести и прочности при сжатии.

В рекомендуемом приложении (международном стандарте ИСО 5406–79) «Твердые сплавы. Испытание на сжатие» приведен метод определения пределов прочности и текучести твердых сплавов при одноосных сжимающих нагрузках.

Суть метода: образец, помещенный между двумя твердосплавными опорами, нагружают в осевом направлении до достижения ожидаемой деформации или до разрушения образца.

Даны символы и определения понятий, используемых при проведении испытаний этим методом, описание аппаратуры и характеристики образцов

для испытаний. Приведены методика испытаний, примеры обработки результатов, а также формы отчетов об испытаниях.

7.2.5. Определение твердости по Виккерсу спеченных твердых сплавов

Метод устанавливает правила определения твердости по Виккерсу спеченных твердых сплавов (в соответствии с ГОСТ 25172–82).

Суть метода: твердость по Виккерсу измеряют на образцах малого сечения из спеченных твердых сплавов.

Образцы отбирают по ГОСТ 20559–75.

Аппаратура: твердость по ГОСТ 23677–79 измеряют прибором, обеспечивающим приложение заранее установленной нагрузки от 9,8 до 490 Н с погрешностью ±1%. Измерительное устройство (ГОСТ 23677–79)

или любое другое, должно обеспечивать измерение диагоналей отпечатка со следующей точностью:

±0,2 мкм при диаметре менее 100 мкм;

±1,0 мкм при диаметре от 100 до 200 мкм;

±5,0 мкм при диаметре более 200 мкм.

Описаны подготовка образцов к испытаниям, порядок их проведения (в соответствии с ГОСТ 2999–75), а также рекомендации по обработке результатов.

7.2.6. Определение твердости по Роквеллу спеченных твердых сплавов

Метод устанавливает правила определения твердости по Роквеллу (шкала А) при температуре 18–25 °С для спеченных твердых сплавов (в соответствии с ГОСТ 20017–74).

Суть метода: алмазный конический наконечник вдавливают в испытуемый образец под действием двух нагрузок – предварительной и общей (равной сумме предварительной и дополнительной нагрузок) и измеряют увеличение глубины внедрения наконечника после снятия дополнительной нагрузки.

За единицу измерения принимают величину, соответствующую осевому перемещению наконечника на 0,002 мм.

Качество поверхности испытуемых образцов должно определяться ГОСТ 2789–73. На поверхности образцов не должно быть трещин и других дефектов, видимых без увеличительных приборов.

Аппаратура: разрывные и универсальные испытательные машины всех систем при условии их соответствия требованиям ГОСТ 7855–68.

Допускается применять и другие машины, обеспечивающие статический режим нагружения с погрешностью не более 1%. Описаны приспособления (опоры) и правила установки на них образцов при испытаниях.

Указаны порядок проведения испытаний, скорость нагружения образцов.

При обработке результатов измерений твердость вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 20017–74.

7.2.7. Определение предела прочности при поперечном изгибе спеченных твердых сплавов

Метод устанавливает правила определения предела прочности при поперечном изгибе при температуре 18–25 °С для твердых спеченных сплавов с содержанием связующего металла до 25% (мас.) (в соответствии с ГОСТ 20019–74).

Суть метода: образец, свободно лежащий на двух опорах, разрушают силой, приложенной в середине пролета, в условиях кратковременного статического нагружения.

Отбор образцов производят в соответствии с требованиями ГОСТ 20559–75, качество поверхности образцов должно соответствовать требованиям ГОСТ 2789–73, форма и размеры образцов, предназначенных для испытаний, должны соответствовать приведенным в таблице ГОСТ 20019–74.

Аппаратура: разрывные и универсальные испытательные машины всех систем при условии их соответствия требованиям ГОСТ 7855–68.

Допускается применять и другие машины, обеспечивающие статический режим нагружения с погрешностью не более 1%.

Указаны требования к качеству опор, которые должны быть изготовлены из твердого сплава на основе карбила вольфрама, содержащего до 15% (мас.) связующего металла.

Описаны порядок проведения испытаний, скорость нагружения образца до разрушения.

Предел прочности при поперечном изгибе вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 20019–74.

Показаны формы заполнения протоколов испытаний.

7.2.8. Испытание на ударный изгиб порошковых материалов

Метод устанавливает правила проведения испытаний на ударный изгиб порошковых материалов (в соответствии с ГОСТ 26528–85).

Метод не распространяется на порошковые твердые сплавы и материалы на основе тугоплавких соединений.

Суть метода: образец (с надрезом или без надреза) разрушают одним ударом маятникового копра с последующим определением работы удара и вычислением ударной вязкости.

Подробно рассмотрены порядок отбора образцов, места вырезки их из заготовок, технология изготовления образцов, их механическая обработка,

форма (с надрезом, без нареза), требуемое качество обработки поверхности, а также количество образцов для испытаний.

Аппаратуру и материалы применяют в соответствии с ГОСТ 9454–78.

Подготовку к испытаниям и их проведение осуществляют в соответствии с ГОСТ 9454–78 (с дополнениями, указанными в ГОСТ 26528–98).

Приведены порядок обработки результатов, формулы расчета работы удара и ударной вязкости , рекомендуемые формы протоколов результатов испытаний.

7.3. Методы определения физических свойств спеченных материалов и твердых сплавов

7.3.1. Определение плотности твердых спеченных сплавов

Метод устанавливает правила определения плотности при температуре от 15 до 30 °С спеченных твердых сплавов объемом не менее 0,5 см^3 и массой не более 200 г (в соответствии с ГОСТ 20018–74).

Суть метода: образец взвешивают в воздухе, а затем в воде и вычисляют его плотность.

Отбор образцов, определение их количества и качества поверхности для экспериментов проводят по ГОСТ 20559–75.

Прибор для определения плотности состоит из двух основных частей:

весы с разновесами с определенной погрешностью измерений;

устройство для взвешивания в воде, состоящее из сосуда с жидкостью и проволоки или корзинки для погружения образца в жидкость (рис. 127).

Указаны составы применяемых жидкостей с известной плотностью.

Описаны порядок проведения испытаний и приведены формулы подсчета плотности образцов.

В приложении к ГОСТ 20018–74 даны таблицы плотности воды при разных температурах.

7.3.2. Определение проницаемости газов и жидкостей порошковых изделий

Метод устанавливает правила определения коэффициента проницаемости газов и жидкостей порошковых изделий со сквозными порами (в соответствии с ГОСТ 25283–93).

Суть метода: газ или жидкость пропускают через образец в направлении течения газа или жидкости в условиях ламинарного течения и определяют расход газа или жидкости, перепад давлений на образцах и затем рассчитывают коэффициент проницаемости.

Образцы отбирают по нормативно-технической документации на порошковые изделия. Приведены требования к размерам, форме, качеству и механической обработке поверхности образцов.

Аппаратура: установка для определения коэффициента проницаемости газов и жидкостей, схема которой и отдельные ее узлы приведены на рис. 128. В ГОСТе приведены схемы держателей для крепления образцов плоской (рис. 129), кубической (рис. 130) и цилиндрической (рис. 131) форм.

Описаны подготовка к испытаниям и порядок их проведения для определения проницаемости газов и жидкостей.

Приведены формулы расчета проницаемости в зависимости от формы образца, а также описан порядок обработки результатов.

7.3.3. Определение величины пор порошковых материалов

Метод устанавливает правила определения величины пор проницаемых порошковых материалов и изделий из них (в соответствии с ГОСТ 26849–86).

Суть метода: измеряют давление, необходимое для выделения на поверхности полностью насыщенного жидкостью образца пузырьков воздуха:

при определении максимальной величины пор – по выделению первого пузырька воздуха;

при определении средней величины пор – по выделению воздуха на всей поверхности образца.

В ГОСТ 18321–73 с некоторыми дополнениями описаны порядок отбора образцов, требуемое качество их поверхности, размеры, количество образцов, необходимое для испытаний. Образцы должны иметь форму диска диаметром от 25 до 100 мм или полого цилиндра (втулки) с рабочей поверхностью от 5 до 100 см^2. Толщина образцов должна соответствовать толщине изделия, но не менее 0,25 мм.

Схема установки, на которой проводят насыщение образцов жидкостью, приведена на рис. 132. Схема установки, на которой определяют появление первого пузырька воздуха показана на рис. 133, *а*, а появление пузырьков на всей поверхности образца – на рис. 133, *б*.

Измеряют давление, при котором происходит выделение пузырьков воздуха и рассчитывают по приведенным в ГОСТ 26849–86 формулам максимальную величину поры и среднюю величину пор в образцах.

Там же указаны используемые при испытаниях материалы с соответствующими ГОСТами.

Обработка результатов: измеряют давление, при котором происходит выделение пузырьков воздуха, и рассчитывают по приведенным в ГОСТ 26849–86 формулам максимальную и среднюю величину пор в образце.

Указаны рекомендуемые формы заполнения протоколов результатов испытаний.

7.3.4. Определение удельного электрического сопротивления спеченных твердых сплавов

Метод устанавливает правила определения удельного электрического сопротивления спеченных твердых сплавов (в соответствии с ГОСТ 25947–83).

Суть метода: через сплав пропускают постоянный электрический ток и определяют падение напряжения на определенном участке его длины.

Пробы отбирают в соответствии с ГОСТ 20559–75. Указаны длина образца (не менее 60 мм), форма (круглого или прямоугольного сечения), требуемое качество поверхности образцов, наличие на них дефектов.

Для определения удельного электрического сопротивления применяют установку, схема которой приведена на рис. 134. Описаны требования к установке при проведении испытаний и порядок их проведения.

Указаны обработка результатов испытаний, формулы расчета удельного электросопротивления.

7.3.5. Определение коэрцитивной силы спеченных твердых сплавов

Метод устанавливает правила определения коэрцитивной силы по намагниченности спеченных твердых сплавов с массовой долей ферромагнитной связки не менее 3% (в соответствии с ГОСТ 24916–81).

Суть метода: образцы намагничивают в постоянном магнитном поле до состояния технического насыщения и определяют коэрцитивную силу по намагниченности как напряженность магнитного поля обратного направления, необходимого для полного размагничивания образца.

Образцы отбирают в соответствии с ГОСТ 20559–75. Максимальный размер образцов 60 х 30 х 20 мм. Количество образцов для определения коэрцитивной силы устанавливают в нормативно-технической документацией на твердые сплавы.

Для определения коэрцитивной силы применяют прибор типа «Кобальт-1» , намагничивающий образец постоянным током до степени технического насыщения в постоянном магнитном поле с обеспечением его размагничивания. Указаны требования к погрешностям работы прибора,

по которому определяют коэрцитивную силу, соответствующую нулевой остаточной намагниченности (М = 0). Погрешность измерения не должна превышать 1%.

Описаны особенности проведения испытаний, а также обработка их результатов.

Глава 8. Методы коррозионных испытаний

8.1. Общие положения

Коррозия металлов – самопроизвольное разрушение металлов, вызванное химическим или электрохимическим взаимодействием их с коррозионной средой. Коррозионное разрушение ускоряется в условиях действия механических и термических напряжений.

Термины, используемые при описании результатов коррозионных испытаний, должны соответствовать ГОСТ 5278–68.

Основные виды коррозии:

равномерная, поверхностная – коррозионное разрушение, приводящее к равномерному уменьшению толщины изделия;

питтинговая, точечная, язвенная – местная коррозия металла в виде отдельных точечных поражений, при которой коррозионное разрушение распространяется в глубь металла в виде тонкого канала, на поверхности наблюдается в виде язв;

межкристаллитная, межзеренная – коррозионное растрескивание, проходящее по границам кристаллов (зерен) металла;

расслаивающая – устранение сцепления между слоями металла, возникающее с поверхности и распространяющееся в глубь металла под воздействием коррозионной среды;

растрескивание – коррозионное разрушение металла при одновременном воздействии напряжений (растягивающих, переменных) и коррозионной среды.

Основные положения единой системы защиты материалов от коррозии и старения (ЕСЗКС) приведены в ГОСТ 9.101–78, который

устанавливает определения, назначение, структуру и состав единой системы защиты изделий и материалов от коррозии, старения и биоповреждений, правила наименования и обозначения стандартов системы (в соответствии с ГОСТ 9.101–78).

В стандарт включены:

структура и состав ЕСЗКС, приведенные в таблице (шифр группы, наименование группы стандартов);

наименование и обозначение стандартов ЕСЗКС по ГОСТ 1.5–85 и ГОСТ 1.0–85.

Основные методы коррозионных испытаний:

на коррозионное растрескивание;

на коррозионное расслаивание;

на межкристаллитную коррозию;

на питтинговую коррозию;

на коррозионные потери в атмосферных условиях;

электрохимические коррозионные испытания;

металлографический метод определения коррозионных поражений.

8.2. Методы определения показателей коррозии и коррозионной стойкости

Методы устанавливают основные показатели коррозии и коррозионной стойкости (химического сопротивления) металлов и сплавов сплошной, питтинговой, межкристаллитной, расслаивающей коррозии, коррозии пятнами, коррозии растрескивания, коррозионной усталости и способы их определения (в соответствии с ГОСТ 9.908–85).

Методы используют при коррозионных исследованиях и испытаниях, проверках оборудования и дефектации изделий в процессе производства, эксплуатации и хранения.

Показатели коррозии и коррозионной стойкости определяют в заданных условиях, учитывая их зависимость от химического состава, структуры металла, состава среды, температуры, гидро- и аэродинамических условий, вида и величины механических напряжений, а также назначения и конструкции изделия.

Коррозионная стойкость характеризуется количественными показателями, выбор которых определяют видом коррозии и эксплуатационными требованиями.

Большинство показателей основаны на времени достижения заданной степени коррозионного поражения металлов в определенных условиях.

Для каждого метода приведены основные качественные и количественные показатели коррозионной стойкости, которые представлены в таблицах.

В ГОСТ 9.908–85 описана суть методов, приведены порядок испытаний и формулы расчетов показателей коррозии для следующих ее видов:

1) сплошной коррозии;
2) коррозии пятнами;
3) питтинговой коррозии;
4) межкристаллитной коррозии;
5) коррозии растрескивания и коррозии усталости;
6) расслаивающей коррозии.

1. Сплошная коррозия:

Потерю массы на единицу площади поверхности, кг/см^2 вычисляют по формуле

$$\Delta m = \left(m_0 - m_i\right) / S,$$

где m_0 – масса образца до испытания, кг; m_i – масса образца после испытания, кг; S – площадь поверхности образца, м^2.

Данный показатель коррозии металла в газах при высокой температуре определяется по ГОСТ 6130–71.

2. Коррозия пятнами:

Площадь каждого пятна определяется планиметром или другими более современными методами. Степень поражения поверхности металла коррозионными пятнами (σ, %) вычисляют по формуле

$$\sigma = \frac{\sum_{i=1}^{n} S_i}{S} \cdot 100\%,$$

где S_i – площадь i-того пятна, м^2; n – количество пятен; S – площадь поверхности образца, м^2.

3. Питтинговая коррозия,

Максимальная глубина проникновения питтинговой коррозии определяется:

микроскопически;

механическим индикатором с игольчатым щупом;

последовательным механическим удалением слоев металла до исчезновения последних питтингов.

4. Межкристаллитная коррозия,

Глубина межкристаллитной коррозии определяется металлографическим методом по ГОСТ 1778–70.

Изменение механических свойств определяют сравнением свойств образцов металла, подвергающихся и не подвергающихся коррозии.

Образцы изготавливают по ГОСТам 1497–84, 11701–83 и 9454–78.

Допускается применять физические методы контроля глубины проникновения коррозии отвечающие ГОСТ 6032–89.

5. Коррозионное растрескивание и коррозионная усталость,

При этом трещина выявляется визуально или с применением оптических или других дефектоскопических средств контроля.

Изменение механических свойств определяют так же, как в п. 4.

6. Расслаивающая коррозия,

Степень поражения поверхности при расслаивающей коррозии определяется долей в процентах площади с отслаиванием на каждой поверхности образца (ГОСТ 9.904–82).

Суммарную длину торцов с трещинами для каждого образца (L, %) вычисляют по формуле

$$L = \sum_{i=1}^{n} \frac{L_i}{n} \cdot 100\%,$$

где L_i – длина участка торца, пораженного трещинами, м; n – периметр образца, м.

Количественные показатели стойкости против коррозионного растрескивания определяют для высокопрочных сталей и сплавов по ГОСТ 9.903–81, алюминиевых и магниевых сплавов – по ГОСТ 9.019–74, сварных соединений из стали, медных и титановых сплавов – по ГОСТ 26294–84; против расслаивающей коррозии для алюминия и его сплавов – по ГОСТ 9.904–82, других материалов – по нормативно-технической документации для каждого предприятия.

Качественную оценку стойкости против межкристаллитной коррозии устанавливают для коррозионностойких сплавов и стали – по ГОСТ 6032–89, алюминиевых сплавов – по ГОСТ 9.021–74.

Допускается использовать в качестве полуколичественного (балльного) показателя расслаивающей коррозии балл условной шкалы по ГОСТ 9.904–82.

8.3. Методы испытаний на коррозионное растрескивание

8.3.1. Общие требования

Общие требования к методам испытаний на коррозионное растрескивание металлов и сплавов изложены в ГОСТ 9.901–89 (с учетом ИСО 7539/1–87).

Цель испытания на коррозионное растрескивание состоит в более быстром получении результатов по сравнению с условиями эксплуатации. Это достигается за счет использования более высоких напряжений, медленной непрерывной деформации, применения образцов с предварительно нанесенными трещинами, более агрессивной среды при испытаниях в сравнении с эксплуатационными условиями, повышенной температуры и электрохимической активации. При этом необходимо, чтобы механизм разрушения оставался неизменным независимо от типа образцов.

Стандарт устанавливает следующие термины:

коррозионное растрескивание – поражение металла, вызванное одновременным воздействием коррозионной среды и номинально статического растягивающего напряжения, в результате которого (воздействия) возникают трещины;

пороговое напряжение при коррозионном растрескивании ($\sigma_{кр}$) – напряжение, выше которого трещины от коррозионного растрескивания возникают и растут при определенных условиях испытания;

время до разрушения – период времени от начала испытания до разрушения; за критерий разрушения принимают время первого появления трещин или время полного разрушения испытуемого образца.

Методы нагружения образцов независимо от их типа группируют по следующим признакам:

постоянная деформация;

постоянная нагрузка;

деформация с малой скоростью.

Методы типа «выдержал – разрушился» не должны быть «жесткими» и не должны приводить к отказу от использования металла, который в конкретных условиях эксплуатации может оказаться пригодным, и не должны быть «мягкими», чтобы в условиях эксплуатации не происходило быстрое разрушение металла.

Испытания при постоянной деформации широко применяются благодаря многочисленным видам испытаний на изгиб, имитирующих напряжения, возникающие при изготовлении изделия, с которыми наиболее часто связаны разрушения при эксплуатации. Наиболее часто на изгиб испытывают листовой материал, на растяжение – плиты.

Для испытания на изгиб используют образцы и нагружающие приспособления простой формы. Трубы, толстые плиты, массивные поковки и штамповки испытывают на С-образных образцах.

Испытания при постоянной нагрузке моделируют разрушение от коррозионного растрескивания при приложенных или рабочих постоянных нагрузках.

Испытания при малой скорости деформации при растяжении или изгибе проводят до разрушения образцов. Преимущество этого метода в том, что разрушение протекает в определенном режиме за краткий промежуток времени.

Испытания при постоянной нагрузке проводят на цилиндрических или плоских образцах, чаще всего в виде цепочки образцов, на одной машине при заданных или рабочих постоянных нагрузках.

Испытания при малой скорости деформации проводят при растяжении или изгибе образца с относительно медленной скоростью, например 10^{-6} $с^{-1}$ при соответствующем воздействии среды. Скорость деформации выбирают применительно к заданным техническим характеристикам.

Испытательная среда – раствор, в котором проводят испытания, должен изменять pH в пределах, не оказывающих влияние на результаты анализа.

ГОСТ 9.901.1–89 определяет требования к испытательным средам, испытываемым образцам, ячейкам, в которые помещаются образцы и растворы, порядок проведения, оценку и обработку результатов испытаний.

Типы образцов в зависимости от приложения нагрузки обозначаются: ОР – осевое растяжение; КИ – консольный изгиб; ВРI и ВРII – внецентровое растяжение.

Стандарт определяет требования к вырезке образцов из различных полуфабрикатов и их маркировку в зависимости от направления вырезки, так как ориентация образцов по отношению к ориентации зерен и остаточных напряжений, равно как и наличие в металле неметаллических включений и частиц вторых фаз, могут оказывать значительное влияние на результаты испытаний. Также на результаты испытаний оказывают влияние чистота поверхности, наличие остаточных напряжений, пленки оксидов.

Маркировка образцов в зависимости от направления вырезки следующая: Д – долевое направление вдоль главного вектора деформации, В – высотное, П – поперечное, Р – радиальное, Т – тангенциальное.

Для испытаний при постоянной нагрузке применяют машины или приспособления, предназначенные для испытания металлов на ползучесть и длительную прочность в соответствии с требованиями ГОСТов 3248–80 и ГОСТ 10145–80.

Для испытаний при ступенчато изменяемой нагрузке применяют машины и приспособления, предназначенные для статического нагружения и обеспечивающие возможность плавно нагружать образцы, поддерживать постоянную нагрузку, надежно центрировать образцы (например, машина разрывная типа Р-5 по ГОСТ 7855–80).

Для испытаний при постоянной деформации применяют машины и приспособления, жесткость которых не менее, чем в 10 раз превышает жесткость образца.

Для наведения усталостной трещины применяют машины или вибраторы, обеспечивающие циклическое нагружение образцов при симметричном или пульсирующем цикле нагружения, типа испытательной машины МУП-20 (ГОСТ 7855–80).

8.3.2. Испытание образцов на коррозионное растрескивание при одноосном растяжении

Метод устанавливает общие требования к испытанию образцов при одноосном растяжении для определения сопротивления коррозионному растрескиванию (в соответствии с ГОСТ 9.901.4–89 с учетом ИСО 7539/4–89).

Термины, применяемые в данном методе, приведены в ГОСТ 9.901.4–89 и пояснения к ним – в ГОСТ 9.901.1–89.

Данным методом исследуют сопротивление коррозионному растрескиванию материала прутков, плит, проволоки, листов и труб, а также соединений, выполненных сваркой, клепкой и другими способами.

Допускается использовать образцы с надрезом.

Образцы нагружают с использованием оборудования, обеспечивающего приложение постоянных нагрузки, деформации либо возрастающих нагрузки или деформации.

Суть метода: одновременное воздействие на образец нагрузки (постоянных или возрастающих нагрузок и деформации) и коррозионной среды при одноосном растяжении.

Образцы для испытаний. К образцам предъявляются следующие требования: поперечное сечение должно быть постоянным; оно может иметь круглую, квадратную, прямоугольную, кольцевую или в специальных случаях – другую форму (например, конусообразную).

В ГОСТ 9.901.4–89 подробно описаны варианты подготовки поверхности образцов. Образцы могут быть с механическим надрезом, специально обработанной поверхностью. Также в качестве образцов используют готовые изделия с поверхностью в состоянии поставки или после химического или электролитического полирования.

Проведение испытаний. Испытательную среду и ее характеристики выбирают в зависимости от цели испытаний. В оптимальном случае они должны имитировать превалирующие условия фактического использования материала или должны быть сравнимы с ожидаемыми условиями эксплуатации.

В ГОСТ 9.901.4–89 подробно описаны правила проведения испытаний и условия, влияюшие на их результат.

Для оценки чувствительности к коррозионному растрескиванию применяют, как правило, время до полного разрушения образца.

В качестве критерия для сравнения оценки чувствительности к коррозионному растрескиванию принимают количество трещин на единицу длины образца.

Различные методы оценки чувствительности металла к коррозионному растрескиванию описаны в ГОСТ 9,901.4–89.

8.3.3. Испытание на коррозионное растрескивание образцов в виде изогнутого бруса

Метод устанавливает требования к подготовке образцов в виде изогнутого бруса и проведению испытаний для определения сопротивления коррозионному растрескиванию (в соответствии с ГОСТ 9.902–89 с учетом ИСО 7539/2–89).

Предназначен для исследования сопротивления коррозионному растрескиванию материала листов, плит, прессованных изделий и сварных конструкций.

Суть метода: метод заключается в изгибе бруса с прямоугольным или круглым сечением и последующим воздействием на напряженный образец испытательной среды.

Суммарное приложенное растягивающее напряжение поверхностного слоя изогнутого бруса рассчитывают по модулю упругости материала и стреле прогиба.

Образцы для испытаний. Образцы испытывают при постоянной деформации или при постоянной нагрузке. За напряжение испытания принимают наивысшее растягивающее напряжение на поверхности образца в начале испытания. Как правило, образцы испытывают при напряжениях, не превышающих предел упругости.

Для оценки сопротивления материала коррозионному растрескиванию при заданном уровне напряжений используют также время до появления трещин после погружения напряженных образцов в испытательную среду или пороговое напряжение, ниже которого трещины не появляются.

Из листов, плит, прессованных изделий изготавливают плоские образцы прямоугольного сечения, а из отливок, сварных соединений, проволоки, прутков – механически обработанные образцы круглого сечения.

ГОСТ 9.902–89 устанавливает требования к условиям проведения испытаний, к оценке и оформлению результатов испытаний.

Образцы для определения механических свойств испытываемого материала отбирают от той же партии деталей, прошедших такую же термическую обработку, что и образцы, предназначенные для испытаний на коррозионное растрескивание.

Образцы представляют собой полосы постоянного прямоугольного сечения одинаковой толщины. Допускается изготавливать их из проволоки или прутков с постоянным по длине круглым сечением.

Образцы проволоки, прутка, а также плоские образцы, вырезанные из листа, плиты или прессованных профилей, допускается испытывать с исходным состоянием поверхности.

Образцы для сравнительных испытаний различных материалов для исключения влияния неоднородности исходной поверхности подвергают механической оработке или шлифованию на глубину, достаточную для удаления исходной неоднородности поверхности.

Методы нагружения.

Применяются шесть способов нагружения образцов (рис. 135) для испытаний при постоянной деформации по схемам двух-, трех- и четырехточечного нагружения.

Двойной брус, образец на сплошной опоре и образец, нагружаемый с помощью рычага, представляют собой специальные случаи четырехточечного нагружения.

В методах испытаний при постоянной нагрузке используются приспособления для трехточечного, четырехточечного и рычажного нагружения (см. рис. 135), которые преобразуют в устройства, обеспечивающие постоянную нагрузку. Достигают это с помощью пружин и набора грузов, посредством которых получают необходимые (заданные) прогибы образца.

Испытательную среду и ее параметры выбирают в зависимости от цели испытания.

Наличие трещин на образцах выявляют при визуальном осмотре или посредством лупы.

Подробно требования к образцам, порядок подготовки и проведения испытаний, оценка результатов испытаний приведены в ГОСТ 9.901.2-89.

8.3.4. Ускореннын испытания на коррозионное растрескивание высокопрочных сталей и титановых сплавов

Методы устанавливают правила ускоренных испытаний на коррозионное растрескивание (в соответствии с ГОСТ 9.903–81).

Распространяются на высокопрочные стали и титановые сплавы.

Суть методов: образцы подвергают одновременному воздействию коррозионной среды и растягивающих напряжений, при котором поверхности предварительно наведенной усталостной трещины расходятся в направлении действующих напряжений симметрично относительно плоскости исходной трещины.

Методы предусматривают три вида испытаний: при постоянной нагрузке; при ступенчато изменяемой нагрузке; при постоянной деформации.

Критерием оценки стойкости материала против коррозионного растрескивания служит пороговый коэффициент интенсивности напряжений $K_{1кр}$, характерзующий сопротивление материала росту трещины при коррозионном растрескивании, ниже которого рост трещины отсутствует или скорость роста трещины не превышает 0,0001 мм/ч.

8.3.5. Ускоренные испытания на коррозионное растрескивание алюминиевых и магниевых сплавов без защитных покрытий

Методы устанавливают два условия испытаний (в соответствии с ГОСТ 9.019–78):

при заданной деформации;

при постоянной осевой растягивающей нагрузке.

Суть методов: образцы подвергают одновременному воздействию коррозионной среды и растягивающих напряжений, при котором поверхности наведенной трещины расходятся в направлении действующих напряжений симметрично относительно плоскости исходной трещины.

Критерием оценки сопротивляемости коррозионному растрескиванию являются:

уровень безопасных напряжений – максимальное напряжение, при котором не происходит разрушения образцов за установленный срок испытаний;

время до появления первой визуально обнаруживаемой трещины при испытании на одном уровне напряжений;

характер коррозионного разрушения.

Образцы для испытаний. Схемы вырезки образцов из различных видов деформированных полуфабрикатов, в том числе из сварных соединений, приведена на рис. 136.

Образцы из литейных сплавов вырезают в направлениях, определяемых программой испытаний.

При испытаниях методом заданной деформации применяют образцы размером 110 х 15 х 2,5 мм. Допускается применение кольцевых образцов высотой 20 мм, диаметром не менее 10 мм и толщиной стенки не более 0,1 внешнего диаметра *D* (рис. 137).

При испытаниях методом постоянной осевой растягивающей нагрузки применяют образцы в соответствии с требованиями ГОСТ 17332–71.

Приспособление для деформации кольцевого образца в струбцине показано на рис. 138 и приспособление для испытания плоских образцов при заданной деформации в сложнонапряженном состоянии (изгиб с кручением) – на рис. 139.

8.4. Методы испытаний на стойкость против межкристаллитной коррозии

8.4.1. Испытания на стойкость против межкристаллитной коррозии коррозионностойких сталей и сплавов

Методы устанавливают порядок и правила ускоренных электрохимических испытаний по определению стойкости против

межкристаллитной коррозии коррозионностойких сталей и сплавов (в соответствии с ГОСТ 9.914–91 с учетом ИСО 3651/1–76).

Рекомендуются для коррозионностойких сталей марок 08Х18Н10Т и 12Х18Н10Т.

В соответствии с ГОСТ 9.914–91 используются следующие методы испытаний.

1. Метод потенциостатического травления (метод ПТ).

Суть метода: анодное травление образцов в водном растворе хлорной кислоты и хлорида натрия при постоянном потенциале, заданном внешним источником тока.

2. Капельный метод (метод ПК-1).

Суть метода: образец или участок поверхности изделия выдерживают под каплей испытательного раствора при комнатной температуре, а затем измеряют потенциал коррозии через 2 мин.

3. Метод измерения потенциала коррозии (метод ПК-2).

Суть метода: образец с предварительно протравленной поверхностью выдерживают в объеме испытательного раствора при комнатной температуре и измеряют потенциал коррозии через 2 мин.

4. Метод потенциодинамической реактивации (метод ПДР).

Суть метода: потенциодинамическая поляризация образца или участка поверхности изделия в заданном диапазоне потенциалов последовательно в анодном (пассивация) и катодном (реактивация) направлениях и сопоставление анодного количества электричества (заряда), израсходованного в процессе реактивации и пассивации.

Методы ПТ, ПК-1 и ПДР допускается применять для контроля сварных соединений, а также двухслойного и наплавленного металла, метод ПК-2 – для контроля двухслойного и наплавленного металла, методы ПК-1 и ПДР – для контроля готовых изделий.

Метод ПДР допускается применять для хромо-никелевых марок стали без стабилизирующих добавок, стабилизированных титаном или ниобием, а также для других коррозионностойких марок стали.

Арбитражными методами для определения стойкости против межкристаллитной коррозии являются методы АМ и АМУ по ГОСТ 6032–89.

Для каждого метода указаны аппаратура (приведены схемы и описания работы приборов), составы реактивов и растворов (с соответствующими ГОСТами), порядок подготовки к испытаниям и их проведение (с соответствующими поясняющими схемами), оценка результатов испытаний.

8.4.2. Испытания на стойкость против межкристаллитной коррозии металлопродукции из коррозионностойких сталей и сплавов

Методы устанавливают правила и порядок испытаний на стойкость против межкристаллитной коррозии металлопродукции из коррозионностойких сталей и сплавов, в том числе двухслойных, сварных

соединений, наплавленного металла и металла шва (в соответствии с ГОСТ 6032–2003 с учетом ИСО 3651/2-76)

Методы распространяются на стали ферритно-мартенситного, аустенитно-мартенситного, аустенитного классов, сплавы на железоникелевой основе. В ГОСТ 6032–89 приведены соответствующие марки сталей этих классов. Методы распространяются на коррозионно-стойкие стали и сплавы других марок тех же классов.

Метод определения стойкости против межкристаллитной коррозии выбирают в зависимости от химического состава (марки) стали или сплава и их назначения, например, АМ, АМУ, АМУФ, ВУ, ДУ.

Метод АМ

Суть метода: образцы исследуемого материала выдерживают в кипящем водном растворе сернокислой меди и серной кислоты в присутствии металлической меди.

В ГОСТ 6032–89 указаны марки сталей, для которых рекомендуется применять данный метод.

Продолжительность выдержки в кипящем растворе зависит от химического состава (марок) материала и колеблется в среднем от 15 до 24 ч.

Этим методом оценивают стойкость против межкристаллитной коррозии различных видов металлопродукции – отливки, сварные соединения, лист, сортовой прокат, трубы поковки, кольца, патрубки и др.

Подробно описаны форма, размеры и качество поверхности образцов для различных случаев испытаний. Указаны составы реактивов и используемые материалы. Описаны порядок и правила проведения испытаний и оценка результатов (приведены формулы расчета).

Дополнительно оценку и контроль склонности материалов к межкристаллитной коррозии проводят металлографическим методом; показаны форма и размеры образцов, изложены химические методы выявления следов коррозии.

Допускается применение физических методов контроля следов коррозии, которые подробно описаны в приложении 6 к ГОСТ 6032–2003, таких как:

ультразвуковые методы, основанные на принципе рассеянных ультразвуковых колебаний на участках металла, пораженных межкристаллитной коррозией. Этими методами обнаруживают начальную стадию межкристаллитной коррозии на глубине 10–25 мкм;

метод вихревых токов, основанный на возбуждении вихревых токов в контролируемом участке изделия и существенной их зависимости от электропроводности материала. Пределы измерения глубины межкристаллитной коррозии этим методом от 10 до 500 мкм;

цветной метод, основанный на капиллярном проникновении хорошо смачивающей жидкости в дефекты на поверхности металла. Этим методом обнаруживают начальные стадии межкристаллитной коррозии при ее проникновении на глубину 10–15 мкм и более.

Метод АМУ

Суть метода: образцы выдерживают в кипящем водном растворе сернокислой меди и серной кислоты повышенной концентрации по сравнению с методом АМ в присутствии металлической меди.

Метод ускоренный и его применяют для контроля тех же марок сталей, что и метод АМ, за исключением сталей, марки которых специально указаны в ГОСТ 6032–2003.

Продолжительность выдержки в реактиве составляет 8 ч.

Приведены аппаратура, вид и качество образцов, составы реактивов и растворов.

Выявление межкристаллитной коррозии и оценку результатов испытаний проводят так же, как и методом АМ.

Метод АМУФ

Суть метода: стальные образцы выдерживают при 20–30 °С в водном растворе сернокислой меди, серной кислоты и фтористого натрия в присутствии металлической меди.

Метод является ускоренным по сравнению с методами АМ и АМУ и применяется для контроля тех же марок сталей, что и метод АМУ. В случае разногласий в оценке качества металла испытания проводят методом АМ.

Продолжительность испытаний для сталей различных марок – от 2 до 3 ч.

Приведены аппаратура, составы реактивов и растворов, описан порядок проведения испытаний и оценка результатов.

Допускается при необходимости проводить повторные испытания по методам АМ и АМУ.

Метод ВУ

Суть метода: образцы стали или сплавов выдерживают в кипящем водном растворе сернокислого оксидного железа и серной кислоты.

Этим методом контролируют стали марки 03Х21Н21М4ГБ и сплавы на железоникелевой основе марок 06ХН28МДТ и 03Н28МДТ.

Продолжительность выдержки образцов в кипящем растворе 48 ч.

Приведены аппаратура, вид образцов и составы реактивов. Описан порядок проведения испытаний, способы выявления межкристаллитной коррозии. Оценку результатов испытаний проводят так же, как и методом АМ.

Метод ДУ

Суть метода: стальные образцы выдерживают в кипящем водном растворе азотной кислоты.

Методом контрилируют стали марок 03Х16Н15М3, 03Х17Н14М3, 03Х18Н11 и 03Х18Н12.

Продолжительность каждого испытания составляет 5 циклов по 48 ч. Допускается по согласованию с потребителем проводить 3 цикла испытаний.

Приведены аппаратура, вид образцов и составы реактивов. Описаны порядок проведения испытаний , способы выявления межкристаллитной коррозии. Склонность к межкристаллитной коррозии оценивают по формулам, приведенным в обязательном приложении 4 к ГОСТ 6032–89. Приведены рекомендуемые протоколы испытаний, требования техники безопасности.

В рекомендуемом приложении к ГОСТ 6032–89 приведены дополнительные методы испытания на стойкость против межкристаллитной коррозии.

Метод В

Суть метода: образцы из стали или сплавов выдерживают в кипящем водном растворе сернокислой меди и серной кислоты с добавлением цинкового порошка.

Метод применяют для контроля сплавов 06ХН28МДТ и 03ХН28МДТ.

Продолжительность выдержки в реактиве 145 ч.

Приведены составы реактивов, правила испытаний и оценки результатов. Обработка результатов такая же, как в методе АМ.

Метод ТЩК

Суть метода: образцы стали подвергают анодному травлению в 10%-ном водном растворе щавелевой кислоты.

Метод применяют для предварительной оценки образцов стали типа 03Х18Н11, подлежащей контролю по методу ДУ.

Испытания проводят на регулируемом источнике постоянного тока. В качестве катода используют пластины или сосуды коррозионностойкой стали. Травление образцов-шлифов, погруженных в раствор, производится в течение 1,5 мин.

Подробно описывается технология изготовления образцов-шлифов, проведение испытаний, режимы напряжения и постоянного тока, составы травителей образцов. Межкристаллитную коррозию оценивают металлографическим методом. Приведена классификация структур травления.

Структуры травления подразделяют на следующие типы: канавочные; ступенчатые; промежуточные; зернограничный питтинг.

Все типы структур описаны и иллюстрированы в ГОСТ 6032–2003.

Метод Б

Суть метода: сталь подвергают анодному травлению в водном растворе ингибированной серной кислоты.

Метод применяют для некоторых марок сталей аустенитного класса (см. Приложение 3 ГОСТ 6032–2003) и двухслойных сталей этих же марок.

Металл сварного шва этим методом не контролируют.

Продолжительность испытаний после включения тока 5 мин, но может быть сокращена до 2 мин.

Стойкость сталей против межкристаллитной коррозии оценивают визуально при увеличении не менее 20 крат.

Приведены схема установки, составы реактивов, порядок проведения испытаний и оценка результатов.

При испытании сварных изделий контролируют только зону термического влияния около сварного шва. Подробно описан порядок контроля сварных конструкций (кроме сварного шва).

Кроме этого метода допускается применение описанных в методе АМ физических методов контроля.

8.4.3. Ускоренные испытания на межкристаллитную коррозию

Метод устанавливает правила ускоренных испытаний на межкристаллитную коррозию (в соответствии с ГОСТ 9.021–74).

Распространяется на алюминий и его сплавы без защитных покрытий.

Суть метода: образцы погружают в растворы, выдерживают определенное время и сравнивают с образцами из сплавов, испытываемых в тех же условиях, характер и степень коррозионного разрушения которых (при выбранном методе испытаний) известны.

Испытания проводят в растворах:

1) содержащем хлористый натрий и соляную кислоту; температура раствора 18 – 25 °С, продолжительность испытания 24 ч;

2) содержащем хлористый натрий и перекись водорода; температура раствора 30±5 °С, продолжительность испытания – 6 ч.

Для испытания применяют плоские образцы размером 20 х 10 мм, толщиной до 5 мм. Допускаются другие формы и размеры образцов (например, кольца из труб, образцы со сварным швом, заклепки и т.д.). Поверхность образцов должна быть обработана до шероховатости R_a не более 2,5 мкм по ГОСТ 2789–73.

Образцы из плакированных сплавов следует испытывать без плакировки. Плакирующий слой удаляют травлением в 5–10%-ном растворе едкого натра по ГОСТ 2263–71 или в 25–30%-ном растворе азотной кислоты по ГОСТ 701–68. Литейные сплавы следует испытывать с литейной коркой, (но можно и без нее).

Подготовка образцов к испытаниям регламентируется ГОСТами 9.021–74 и 5962–67.

Результаты испытаний оценивают металлографическим методом с учетом ГОСТ 1778–70.

При необходимости исследования микроструктуры сплавов изготавливаются шлифы, которые подвергаются травлению в реактивах для выявления микроструктуры.

Допускается применение других растворов, не приведенных в ГОСТ 9.021–74.

Характерные примеры межкристаллитного коррозионного растрескивания приведены на рис. 169.

8.5. Метод ускоренных испытаний на расслаивающую коррозию

Метод устанавливает порядок и правила ускоренных испытаний на расслаивающую коррозию (РСК) (в соответствии с ГОСТ 9.904–82).

Применяется для алюминиевых сплавов без защитных покрытий.

Суть метода: образцы полностью погружают в емкость с соответствующим раствором. Раствор и продолжительность испытания выбирают в зависимости от состава сплава и его термической обработки.

В ГОСТ 9.904–82 приведены таблицы химических составов сплавов, их состояния и продолжительность испытаний.

Подробно описаны требования к образцам (размерами 60 х 40 мм), подготовка к испытаниям и порядок их проведения. Образцы в растворе располагаются вертикально. Раствор для испытаний и продолжительность испытаний выбирают в зависимости от состава сплава и его термической обработки в соответствии с рекомендациями, приведенными в таблице ГОСТ 9.904–82.

Представлены аппаратура (профилометры и профилографы), расходуемые материалы, травящие и промывочные реактивы (с соответствующими ГОСТами), а также обработка результатов, рекомендуемые формы протоколов испытаний.

Плакирующий слой на образцах удаляют в соответствии с ГОСТ 9.021–74. Торцевые стороны по периметру образца подвергают механической обработке, параметр шероховатости R_a должен быть не более 2,5 мкм по ГОСТ 2789–73. При испытании сварных соединений сварной шов располагают в середине образца перпендикулярно к его длинной стороне.

Критериями оценки стойкости сплавов при расслаивающей коррозии (РСК) служат:

характер изменения внешнего вида образца;

площадь с отслоениями на каждой поверхности образца, %;

суммарная длина торцов с трещинами, %.

Стойкость сплава при РСК оценивают для каждого образца в баллах по 10-балльной шкале, приведенной в таблице ГОСТа.

В Приложении показаны характерные примеры определения РСК по десятибалльной шкале, а также приведены формулы количественной оценки РСК.

Площадь с расслоениями на торцевых поверхностях образцов определяют визуально или с использованием методов количественной металлографии и выражают в процентах от площади оцениваемых поверхностей. Суммарную длину торцов с трещинами для каждого образца в процентах определяют по приведенной в ГОСТ 9.904–82 формуле.

8.6. Методы ускоренных испытаний на стойкость к питтинговой коррозии коррозионностойких сталей и сплавов

Методы устанавливают правила проведения химических и электрохимических способов ускоренных испытаний материалов на стойкость к питтинговой коррозии в водных средах, в которых она вызывается воздействием на пассивный металл ионов хлора (в сотвтствии с ГОСТ 9.912–89).

Методы распространяются на коррозионностойкие (нержавеющие) стали и коррозионностойкие на железо-никелевой основе кристаллические сплавы.

Методы допускается использовать для накопления экспериментальных данных с целью получения оценок питтингостойкости также коррозионностойких кристаллических сплавов на основе никеля и сплавов мелкокристаллических и аморфных (быстрозакаленных) на железной и железо-никелевой основе. При этом сохраняют ограничения для сред, установленных в настоящем стандарте.

Химический метод

Суть метода: образцы выдерживают в растворе трихлорида железа с последующим определением потери массы образца.

Приведены термины и обозначения, описывающие данный метод.

Этим методом получают сравнительные оценки питтингостойкости материалов, таких как:

выпускаемых и вновь разрабатываемых марок;

различных плавок;

изготовленных различными методами;

образцов из одинакового материала, подвергнутых различным видам термической, механической, термомеханической обработки, сварки, обработки поверхности;

образцов, вырезанных из различных участков изделия, подвергшегося питтинговой коррозии (для выяснения ее причин).

Подробно описаны правила отбора и подготовки образцов, их размеры, обработка и качество поверхности, составы реактивов и промывочных растворов (с соответствующими ГОСТами). Приведены аппаратура и приспособления для испытаний, порядок и правила их проведения, обработка результатов.

Электрохимический метод

Суть метода: измеряют потенциал свободной коррозии и проводят гальваностатическую и/или потенциодинамическую поляризацию образцов в водных средах типа упрощенной морской и/или загрязненной хлоридами оборотной воды с последующим определением базисов питтингостойкости.

Электрохимические показатели питтингостойкости определяют при решении тех же задач, что и химическим методом, а также при выборе условий электрохимической защиты материалов от питтинговой коррозии.

Метод используют для проведения испытаний и получения сравнительных оценок питтингостойкости в других модельных и реальных средах.

Электрохимический метод не применяют для оценок питтингостойкости в средах с электропроводностью ниже $4 \cdot 10^{-4}$ $Ом^{-1} \cdot см^{-1}$, а также в некоторых других средах, указанных в ГОСТ 9.912–89.

Приведены условия отбора и подготовки образцов, описаны аппаратура и вспомогательные электроды, потенциостаты и др. вспомогательное оборудование, составы реактивов и растворов (с соответствующими ГОСТами).

Описаны порядок и последовательность проведения испытаний, обработка результатов испытаний.

В дополнительных материалах (см. Приложения к ГОСТу) даны расчеты доверительных значений определяемых показателей, оценка питтингостойкости при испытании образцов химическим и электрохимическими методами, приведена вероятностная оценка питтингостойкости по данным электрохимического метода. Также схематически показаны рекомендуемые конструкции подвесок (рис. 140).

8.7. Методы испытаний на коррозионные потери в атмосферных условиях

8.7.1. Определение коррозионной агрессивности атмосферы

Методы устанавливают факторы, параметры коррозионной агрессивности атмосферы, способы их определения, классификацию коррозионной агрессивности атмосферы, а также значения параметров на территории СНГ (в соответствии с ГОСТ 9.039–74).

Методы не устанавливают значений параметров в атмосферных условиях, агрессивность которых определяется наличием загрязнений, характерных для химических, металлургических и т.п. производств, а также значений параметров над акваториями морей, за исключением содержания хлоридов, и над горными районами.

Методы применяют в следующих случаях:

при определении коррозионных потерь в атмосферных условиях;

при установлении групп условий эксплуатации;

при разработке методов ускоренных испытаний.

В ГОСТ 9.039–74 включены требования к определению параметров коррозионной агрессивности атмосферы, градаций загрязненности и типов атмосферы, степеней коррозионной агрессивности атмосферы, к методам определения выпадения диоксида серы.

Факторы, характеризующие коррозионную агрессивность атмосферы, следующие:

увлажнение поверхности металлических систем;

загрязнение воздуха коррозионно-активными агентами такими, как диоксид серы, хлориды, аммиак, оксиды азота.

За увлажнение поверхности принимают увлажнение фазовой или /и адсорбционной пленками, адсорбирующими влагу.

За фазовую пленку принимают пленку влаги, образующуюся при увлажнении поверхности жидкими (дождь) или смешанными (дождь со снегом) осадками и росой.

За адсорбционную пленку принимают пленку влаги, образующуюся при относительной влажности, равной или превышающей 70% в отсутствие осадков и росы.

Параметрами коррозионной агрессивности атмосферы являются:

продолжительность общего увлажнения поверхности;

продолжительность увлажнения поверхности фазовой пленкой влаги;

продолжительность увлажнения поверхности адсорбционной пленкой влаги;

концентрация коррозионно-активного агента.

8.7.2. Определение параметров коррозионной агрессивности атмосферы

В ГОСТ 9.039–74 рассмотрены следующие параметры:

продолжительность общего увлажнения поверхности, продолжительность увлажнения фазовой и адсорбционной пленками влаги;

продолжительность температурно-влажностного воздействия в зависимости от солнечной радиации;

продолжительность увлажнения поверхности фазовой пленкой;

продолжительность увлажнения поверхности адсорбционной пленкой;

уровень концентрации и выпадения диоксида серы;

уровень концентрации и выпадения хлоридов;

уровень концентрации аммиака в воздухе;

уровень концентрацим прочих вредных элементов в атмосфере.

В таблицах приведена градация загрязненности атмосферы диоксидом серы и хлоридами, даны ее условные обозначения. Приведены значения параметров коррозионной агрессивности атмосферы на территории СНГ.

Подробно описаны следующие методики определения содержания в воздухе диоксида серы, хлоридов и аммиака:

определение концентрации диоксида серы в воздухе;

определение концентрации хлоридов в воздухе;

определение выпадения хлоридов;

определение концентрации аммиака в воздухе.

В приложении к ГОСТ 9.039–74 дана оценка степени коррозионной агрессивности атмосферы для углеродистых конструкционных сталей, степени коррозионной агрессивности атмосферы для углеродистых конструкционных сталей на открытом воздухе в умеренном макроклиматическом районе при продолжительности увлажнения поверхности от 3000 до 4000 ч в год в различных типах атмосферы. Даны характеристики прибрежных районов СНГ по продолжительности действия морских ветров со скоростью, более или равной 6 м/с.

8.7.3. Испытания на климатических испытательных станциях

Методы устанавливают правила и порядок испытаний образцов на климатических испытательных станциях (в соответствии с ГОСТ 9.909–86).

Методы распространяются на металлы и сплавы, металлические и неметаллические неорганические покрытия, проволоку, узлы изделий и т.д.

Общие требования к испытаниям приведены в соответствии с ГОСТ 9.905–82.

Требования к отбору образцов, форме, размерам, количеству и качеству поверхности изложены в том же ГОСТе. Допускается применять образцы в виде стержней, проволоки, узлов изделий и т.п. Образцы для испытаний сварных и паяных соединений изготовляют по ГОСТ 6996–66.

1. Испытание на атмосферную коррозию.

Суть метода: образцы экспонируют на климатической станции с последующей оценкой их коррозионной стойкости.

В этом методе подробно описана применяемая аппаратура: климатические станции (ГОСТ 9.906–83), порядок отбора образцов, подготовки к испытаниям и их проведение, отражающие специфику требований, предъявляемых к испытуемому материалу, условиям эксплуатации изделий, деталей или узлов, в которых будут использованы испытуемые материалы и покрытия.

2. Испытания на коррозию под напряжением в атмосфере.

Суть методов: образцы экспонируют в условиях, сочетающих воздействие климатических факторов и внешних растягивающих напряжений.

2.1. Испытание на коррозию при постоянной деформации.

Отбор образцов – см.п.1. Для испытаний применяются плоские и кольцевые образцы, допускается применять образцы в виде петель. Конструкция приспособлений и образцы для испытаний на коррозию под напряжением приведены на рис. 141 и 142.

Описан порядок подготовки к испытаниям и их проведения. Приведены формулы расчета коррозионной стойкости. Кроме указанной в ГОСТ 9.909–85 расчетной оценки, коррозионная стойкость образцов определяется по ГОСТ 9.908–85.

2.2. Испытание на коррозию при постоянной осевой растягивающей нагрузке.

Отбор образцов производится по п. 1.

Форма и размеры образцов для испытаний показаны на рис. 143.

Аппаратура: любые установки пружинной или рычажной конструкции для нагружения образца.

Описаны подготовка к испытаниям, проведение испытаний. При этом испытания образцов проводят при напряжении, равном 0,75 предела текучести испытуемого металла. Обработка результатов испытаний проводится по п. 2.1.

3. Испытание на контактную коррозию в атмосфере.

Суть метода: образцы экспонируют в условиях, при которых протекание коррозионного процесса зависит не только от воздействия климатических факторов, но и от контакта разнородных в электротехническом отношении металлов.

Образцы для испытаний представляют собой пакеты плоских пластин, в которых одна пластина из металла (металла с покрытием) может вести себя как анод, а две пластины из другого металла (металла с покрытиями) – как катод, создавая тем самым электрохимический элемент в присутствии электролита. Соотношение площадей анодной и катодной пластин устанавливают в программе испытаний.

Конструкция пакетов для испытаний на контактную коррозию приведена на рис. 144 (тип 1) и рис. 145 (тип 2).

В методе описаны форма, размеры, качество, направление вырезки, способ обработки поверхности и другие параметры анодных пластин испытуемых образцов, образцов сравнения и контрольных образцов.

Стойкость к контактной коррозии по всем критериям оценивают на стандартных разрывных образцах. Потерю массы определяют на образцах – шлифах.

Аппаратура: испытательная станция, описанная в ГОСТ 9.906–83.

В методе описаны подготовка и проведение испытаний, обработка результатов. Приведены формулы расчета скорости коррозии образцов и стойкости к контактной коррозии.

4. Испытание на щелевую коррозию в атмосфере.

Суть метода: экспонирование образцов в условиях, при которых возможно исследование воздействия климатических факторов на протекание коррозионных процессов в щелях и зазорах между одинаковыми металлами и между металлом и неметаллом.

Отбор образцов для испытаний производится по ГОСТ 9.905–82.

Испытуемые образцы представляют собой пакеты плоских пластин, конструкции которых приведены на рис. 146–148. Допускается применять другие конструкции пакетов в зависимости от специфики требований, предъявляемых к изделиям.

Аппаратура: испытательная станция, описанная в ГОСТ 9.906–83.

Изложены подготовка и проведение испытаний, обработка их результатов.

5. Испытание в морской воде.

Суть метода: экспонирование образцов в морской воде с последующей оценкой их коррозионной стойкости.

В ГОСТ 9.909–86 описаны особенности отбора образцов для испытаний, контрольные образцы, образцы сравнения, аппаратура, порядок подготовки и проведения испытаний, обработка их результатов. Программа испытаний должна содержать данные о начале и конце испытаний, глубине погружения, содержании химических элементов и растворенных газов в морской воде и другие сведения., заносимые в соответствующие протоколы.

6. Метод испытаний на контактную коррозию в морской воде.

Суть метода: экспонирование образцов в условиях , при которых протекание коррозионного процесса зависит не только от воздействия морской воды, но и от контакта разнородных в электрохимическом отношении металлов.

Отбор проб, подготовку аппаратуры и образцов к испытаниям и их проведение осуществляют, как в методах 2, обработку результатов испытаний – по ГОСТ 9.908–85.

7. Метод испытаний на щелевую коррозию в морской воде.

Суть метода: образцы экспонируют в условиях, при которых возможно исследование воздействия морской воды на протекание коррозионных процессов в щелях и зазорах между одинаковыми металлами и неметаллами. При этом зазор в щели устанавливают от 0,01 до 3 мм.

Аппаратура соответствует по ГОСТ 9.906–83, подготовка к испытаниям и проведение испытаний – как в методе 1, обработка результатов испытаний – как в методе 4.

8.7.4. Оценка коррозионных поражений покрытий при эксплуатации и хранении

Метод оценивает коррозионные поражения металлических и неметаллических неорганических покрытий на образцах и изделиях по изменению внешнего вида после коррозионных испытаний, дефектации образцов и изделий при эксплуатации и хранении (в соответствии с ГОСТ 9.311–87).

Метод применяется при оценке защитных и декоративных свойств, допускается его применение при оценке функциональных свойств покрытий.

Суть метода: вид коррозионных поражений образцов и изделий определяют визуально с последующим измерением площади, занятой этими поражениями.

Коррозионные поражения определяют невооруженным глазом, допускается применять лупу или другие оптические средства.

Для оценки коррозионных используют измерительные инструменты в соответствии с ГОСТами.

Подготовку поверхности материала проводят в соответствии с программой испытаний и требованиями стандартов на методы испытаний образцов и изделий.

В ГОСТ 9.311–87 приведена таблица видов коррозионных поражений образцов с различными покрытиями и их условные обозначения, а также таблица, где указана площадь коррозионных поражений в оценочных баллах.

В приложении 1 ГОСТа приведены таблицы цвета продуктов коррозии различных металлов и сплавов, в приложении 2 – описание и оценка защитных и декоративных свойств покрытий, в приложении 3 – таблицы коэффициентов значимости видов коррозионных поражений при оценке декоративных свойств покрытий, в приложении 4 – конкретные примеры оценки декоративных и защитных свойств покрытий.

8.7.5. Ускоренные коррозионные испытания атмосферостойкой стали

Метод устанавливает правила и порядок сравнительных ускоренных коррозионных испытаний сталей (в соответствии с ГОСТ 9.911–89).

Метод распространяется на низколегированные стали, применяемые без защиты от атмосферной коррозии при различной степени коррозионной агрессивности атмосферы.

Метод может быть использован и для получения сравнительных данных по коррозионной стойкости углеродистых и низколегированных сталей, применяемых с защитными покрытиями.

Метод не предназначен для определения сроков службы изделий из атмосферостойкой стали.

Суть метода: ускорение коррозионного процесса образования защитных слоев продуктов коррозии на поверхности стали.

Коррозионный процесс ускоряют повышением относительной влажности воздуха и температуры при воздействии сернистого газа, периодической конденсацией влаги, а также чередованием смачивания поверхности электролитом с последующим ее высушиванием.

Ускорение процесса образования защитных слоев достигают также нагревом образцов при высушивании и вымыванием растворимых сульфатов из продуктов коррозии во время смачивания поверхности электролитом.

Общие требования к испытаниям приведены в ГОСТ 9.905–82.

В ГОСТ 9.911–89 подробно описаны правила отбора образцов, их размеры и количество.

В качестве эталона для сравнения коррозионной стойкости принимают образцы из стали марки 10ХНДП (ГОСТ 19281).

В ГОСТ 9.911–89 приведена аппаратура: испытательные камеры с вспомогательными устройствами (с учетом ГОСТов 25336–82 и 13320–), составы реактивов и растворы (с указанием соответствующих ГОСТов).

Подготовка образцов к испытаниям проводится по ГОСТ 9.909–86. Поверхности образцов различных вариантов, испытываемых одновременно, должны быть подготовлены по одной технологии, если в программе испытаний не задано другое.

Испытания на ускоренную коррозию являются циклическими. Продолжительность цикла составляет 120–168 ч. Число циклов устанавливают в программе испытаний.

Подробно описаны правила проведения испытаний и правила техники безопасности. Показатели коррозии и коррозионной стойкости устанавливают и определяют по ГОСТ 9.908–85. В приложении приведен пример расчета суммарной площади поверхности образцов, одновременно испытываемых в гидростате Г-4.

8.7.6. Ускоренные коррозионные испытания алюминия, магния и их сплавов

Методы устанавливают правила ускоренных и имитационных коррозионных испытаний для получения сравнительных данных по коррозионной стойкости металлов и сплавов (в соответствии с ГОСТ 9.913–90 с учетом ИСО 7384-86).

Методы распространяются на алюминий, магний и их сплавы без защитных покрытий.

Методы не предназначены для определения сроков службы указанных металлов и сплавов при эксплуатации.

Общие требования к проведению испытаний приведены в ГОСТ 9.905–

В ГОСТ 9.913–90 указываются следующие виды испытаний.

1. Испытания алюминия и его сплавов при полном погружении в электролит с добавлением перекиси водорода.

Суть метода: ускорение коррозионного процесса при полном погружении образцов при температуре 18–25 °С в раствор хлористого натрия с добавлением перекиси водорода для имитации воздействия морского климата при периодическом или постоянном контакте с морской водой.

Метод предназначен для испытания изделий, эксплуатируемых в районах с морским климатом.

Продолжительность испытаний 90 сут. Допускается для сплавов, стойких к воздействию коррозионной среды, увеличивать продолжительность испытаний до 180 сут, для сплавов менее стойких – уменьшать до 15–30 сут.

2. Испытания магния и его сплавов при полном погружении в электролит.

Суть метода: ускорение коррозионного процесса при полном погружении образцов при температуре 18–25 °С в раствор хлористого натрия для имитации воздействия морского климата при периодическом или постоянном контакте с морской водой.

Продолжительность испытания 1–2 сут.

Метод предназначен для испытания изделий, эксплуатируемых в районах с морским климатом.

3. Испытания алюминия, магния и их сплавов при воздействии нейтрального соляного тумана.

Суть метода: ускорение коррозионного процесса повышением температуры, относительной влажности и введением в атмосферу раствора хлористого натрия. Испытания проводят распылением раствора хлористого натрия при температуре 35 °С и относительной влажности 95–98% в течение 3 мин через каждые 20 мин испытания для имитации воздействия тропического климата, включая морской туман.

Продолжительность испытаний для алюминия и его сплавов 90–360 сут, для магния и его сплавов 60–90 сут.

Метод предназначен для испытания изделий, эксплуатируемых в районах с умеренно-холодным и тропическим климатом.

4. Испытания алюминия и его сплавов при переменном погружении в электролит.

***Суть метода**:* ускорение коррозионного процесса чередованием погружения образцов при температуре 18–25 °С в раствор хлористого натрия и высушивания их на воздухе для имитации воздействия умеренного климата с воздействием и без воздействия хлоридов.

Продолжительность испытаний 90 сут.

Допускается увеличивать продолжительность испытаний до 180; 270 и 360 сут.

Метод предназначен для испытания изделий, эксплуатируемых в районах с холодным и очень холодным климатом.

5. Испытания магния и его сплавов при переменном погружении в электролит.

Суть метода: ускорение коррозионного процесса чередованием погружения образцов при температуре 18–25 °С в раствор хлористого натрия и высушивания их на воздухе для имитации воздействия умеренного климата с воздействием и без воздействия хлоридов.

Продолжительность пребывания образцов в растворе 10 мин, на воздухе 50 мин. Продолжительность испытаний – до 180 сут.

Метод предназначен для испытания изделий, эксплуатируемых в районах с холодным и очень холодным климатом.

6. Испытания алюминия, магния и их сплавов при повышенных значениях относительной влажности воздуха и температуры с периодической конденсацией влаги.

Суть метода: ускорение коррозионного процесса повышением относительной влажности воздуха и температуры с периодической конденсацией влаги для имитации воздействия тропического климата, включая атмосферные осадки.

Продолжительность испытаний – до 180 сут, при этом испытания являются циклическими с непрерывным следованим циклов продолжительностью 24 ч каждый. Цикл состоит из двух этапов: первый этап – испытания при температуре 55+2 °С и относительной влажности воздуха 95–98% в течение 8 ч; второй этап – испытания при температуре 18–25 °С и относительной влажности воздуха 95–98% в течение 16 ч, включая период охлаждения.

Метод предназначен для испытания изделий , эксплуатируемых в районах с сухим и влажным тропическим климатом.

Перед проведением оценки коррозионных испытаний с поверхности удаляют продукты коррозии (в соответствии с требованиями ГОСТ 9.907–83).

Для всех методов приводятся рекомендации по отбору образцов (их размерам, качеству поверхности), необходимой аппаратуре и реактивам (с

соответствующими ГОСТами), порядку проведения испытаний, требованиям техники безопасности.

Результаты испытаний оценивают в соответствии с видом коррозии по следующим выбранным критериям:

изменение внешнего вида поверхности образцов;

изменение глубины и количества коррозионных поражений;

изменение механических свойств;

изменение массы;

изменение глубины и характера коррозионных поражений (металлографический метод по ГОСТ 9.908–85).

Вид, форму и размеры образцов выбирают в зависимости от цели испытний. Допустимая погрешность размеров образцов +0,1 мм.

При оценке коррозионной стойкости по изменению механических свойств при растяжении применяются пластины размером 220 х 150 х (толщина образца), мм, из которых после коррозионных испытаний вырезают образцы для определения механических свойств по ГОСТ 1497–84.

При оценке зависимости коррозионной стойкости образцов от технологии их изготовления (отливка, штамповка, прессовка и т.д.) применяют образцы круглой формы диаметром 5 – 25 мм или прямоугольной формы размерами 30 х 15 мм и толщиной от 1 до 5 мм.

Для определения типа коррозии, глубины коррозионных поражений или потери массы допускается применение образцов других размеров и формы. Шероховатость поверхности образцов R_a по ГОСТ 2789–73 должна быть не более 2,5 мкм.

Контрольные образцы и образцы, снятые с испытаний, хранят в условиях, исключающих развитие коррозии в соответствии с требованиями ГОСТ 9.909–86.

Аппаратура и реактивы: камера, обеспечивающая стабильный режим работы и колебания температуры не более ±2 °С; химические реактивы квалификации ч.д.а. (с указанием соответствующих ГОСТов) и дистиллированная вода (ГОСТ 6709–72).

В приложении к ГОСТ 9.913–90 рекомендован также экспресс-метод оценки коррозионной стойкости магниевых сплавов.

Метод устанавливает правила оценки коррозионной стойкости магниевых сплавов по количеству выделившегося водорода (в соответствии с ГОСТ 9.913–90).

Предназначен для сплавов типа МЛ5 пч.

Суть метода: оценивают коррозионную стойкость сплава при двухсуточных испытаниях по результатам шестичасовых испытаний путем определения выделившегося водорода при полном погружении образцов в раствор хлористого натрия определенной концентрации в течение шестичасовых испытаний.

Приведены формулы экстраполяции результатов этих определений к двухсуточным испытаниям.

8.7.7. Расчетно-экспериментальный метод ускоренного определения коррозионных потерь в атмосферных условиях

Метод устанавливает правила расчетно-экспериментального способа ускоренного определения коррозионных потерь в атмосферных условиях в зависимости от коррозионной агрессивности атмосферы (в соответствии с ГОСТ 9.040–74).

Метод распространяется на металлы и сплавы, может быть использован для ускоренного определения коррозионных потерь анодных покрытий.

Метод не применяют в следующих случаях:

для металлических систем, например нержавеющих и высокопрочных сталей, склонных к местным видам коррозии (коррозии расслаивания, точечной коррозии и т.д.), т.е. в случаях, когда потери массы полностью не характеризуют стойкость в атмосферных условиях;

для определения коррозионных потерь металлов и сплавов, коррозионная агрессивность которых в атмосферных условиях определяется загрязнениями, характерными для металлургических, химических и т.п. производств.

Суть метода: коррозионные потери определяют по результатам комплекса ускоренных испытаний металлов и сплавов, а также по значениям параметров, характеризующих коррозионную агрессивность атмосферы в соответствии с ГОСТ 9.039–74.

Испытания рекомендуют проводить на плоских образцах прямоугольной формы размерами 100 х 50, 150 х 100 и 150 х 50 мм, но допускаются образцы произвольной формы.

Испытания проводятся круглосуточно в камерах искусственного климата (в соответствии с ГОСТ 9.308–85).

По результатам испытаний рассчитывают потери за определенный срок (например, за год) эксплуатации; приведены формулы расчета.

Указаны порядок подготовки и проведения экспериментов, используемая аппаратура и материалы.

Приведены примеры рекомендуемых расчетов и определения ожидаемых коррозионных потерь за длительное время эксплуатации, описан конкретный пример определения коррозионных потерь цинка в Приморском районе.

8.8. Методы коррозионных электрохимических испытаний

Методы устанавливают требования и правила проведения электрохимических испытаний (в соответствии с ГОСТ 9.905–82).

Распространяется на металлы и сплавы, средства противокоррозионной защиты.

Суть методов: испытываемые образцы помещают в коррозионную среду и после проведения испытаний по заданной программе определяют изменение их механических свойств, физических свойств поверхности и

проводят сравнение с контрольными образцами (образцами сравнения), поведение которых в данных условиях известно.

Образцы для испытаний. При испытаниях применяются четыре типа образцов:

плоские образцы (пластины);

детали или сборочные единицы (узлы);

макеты изделий или конструкций;

изделия.

Вид, форму и размеры образцов выбирают в зависимости от цели испытаний. Основные характеристики образцов: материалы и их контакты, форма, технология изготовления, состояние поверхности, вид, толщина и технология получения покрытий должны быть аналогичны соответствующим характеристикам изделий, в том числе сварных.

Площадь поверхности всех образцов должна быть не менее 50 см^2. Количество образцов на одно испытание должно быть не менее трех. Предпочтительны следующие размеры плоских образцов: 150х100х0,5-1,5; 100х50х0,5-1,5; 50х50х0,3-1,5 мм.

Для испытаний с оценкой изменения механических свойств форма образца должна соответствовать стандартам на методы механических испытаний.

Для испытаний с оценкой изменения физических свойств поверхности образцов их форма и размеры должны соответствовать требованиям выбранного метода оценки и обеспечивать необходимую точность измерения исследуемых величин.

Способы изготовления образцов должны исключать механические и термические напряжения, не характерные для изделия.

Для размещения образцов на испытательных стендах допускается сверлить отверстия на их углах или кромках.

Аппаратура для всех методов испытаний должна соответствовать требованиям ГОСТ 9.308–82.

Для подготовки коррозионной среды применяют химические реактивы квалификации ч.д.а (с указанием сотвтствующих ГОСТов) и дистиллированную воду, если применение реактивов другой степени чистоты не предусмотрено документами.

Конструкция испытательной аппаратуры должна исключать попадание солнечного излучения и примесей из атмосферы, а также колебания температуры, влияющие на результаты испытаний, если это не предусмотрено программой испытаний.

Проведение испытаний. В программе испытаний должно быть указано:

описание испытываемого объекта и контролируемых свойств;

цель испытаний (вид и точность получаемой информации);

условия и режимы испытаний;

методика обработки, периодичность воздействия и измерений.

При испытаниях применяются образцы сравнения, поведение которых в данных условиях известно.

При ускоренных испытаниях с целью предварительной оценки коррозионной стойкости условия испытаний ужесточают по сравнению с реальными условиями эксплуатации, не допуская изменения механизма коррозии.

При ускоренных испытаниях с целью контроля качества образца допускается ужесточать условия испытаний по сравнению с условиями эксплуатации, если по поведению образцов во время испытаний можно заключить о поведении материала в условиях эксплуатации.

Не допускается одновременно испытывать в жидкой коррозионной среде в одном сосуде образцы из разного материала или образцы с разным покрытием (если это не предусмотрено программой).

Испытания образцов из различных материалов или с различными покрытиями в газовой среде допускаются в том случае, если все образцы подвергаются одинаковому воздействию и их взаимное влияние исключено или если исследуют возможность такого влияния.

Если необходимо выявить ход коррозии во время испытания, то периодичность съемов устанавливают в геометрической прогрессии: например, 1; 3; 6; 12 ч; 1; 2; 4; 8 сут; 3; 6; 12 мес; 2; 4 года и т.д.

Параметры коррозионной среды (состав и др.) периодически контролируют.

8.9. Методы определения жаростойкости стали и сплавов

Методы устанавливают правила определения жаростойкости стали, сплавов и изделий из них в условиях воздействия газовых сред из воздуха при высоких температурах (в соответствии с ГОСТ 6130–90).

Не распространяются на стали, сплавы и изделия из них, подвергающиеся эрозионному воздействию газовых сред.

Суть методов: жаростойкость определяют после выдержки образцов в печи с установленной средой или на воздухе в течение заданного времени при заданной постоянной температуре.

Методы подразделяют на:

весовой – по уменьшению или увеличению массы образца;

непосредственное измерение глубины коррозии;

комбинированный – сочетание весового метода с методом непосредственного измерения глубины коррозии образца.

Жаростойкость материала определяют за время испытания, позволяющее установить скорость процесса коррозии.

Путем последующей экстраполяции определяют глубину коррозии за заданный период времени.

Весовой метод по уменьшению массы образца

Суть метода: определяют толщину слоя металла, подвергнувшегося коррозии в процессе испытания, по разности массы образца до и после испытания и удаления продуктов коррозии с его поверхности.

Этот метод рекомендуют применять для углеродистых и низкоуглеродистых сталей во всем диапазоне температур, а для остальных классов сталей и сплавов – при относительно низких температурах.

Весовой метод по увеличению массы образца

Суть метода: определяют толщину слоя металла, подвергнувшегося коррозии в процессе испытания, по увеличению массы образца после испытания и удаления продуктов коррозии с его поверхности. При этом для расчетов предварительно определяют коэффициент соответствия увеличения массы образца – уменьшению его массы.

Величину коэффициента *C* определяют для исследуемой марки стали, температуры и газовой среды однократно. При умножении величины увеличения массы образца на коэффициент *C* получают значение условного уменьшения массы образца, по которому определяют толщину слоя металла, подвергнувшегося коррозии.

Метод рекомендуют применять как в тех случаях, когда применим весовой метод по уменьшению массы образца, так и в случаях, когда испытания имеют массовый характер или требуется определение кинетики процесса окисления.

Этот метод не рекомендуют применять при натурных испытаниях.

Метод непосредственного измерения глубины коррозии

Суть метода: измеряют уменьшение линейных размеров образца, подвергнувшегося коррозии, и определяют глубину коррозионного поражения.

Метод применяют для всех сталей при относительно высоких температурах.

Комбинированный метод

Суть метода: массу образца определяют весовым методом и непосредственным измерением изменения толщины подокисленного слоя вследствие обеднения легирующими элементами поверхности образца или глубины максимальной локальной коррозии.

Метод применяют, когда процесс коррозии протекает неравномерно и сопровождается различными видами локальной коррозии (межкристаллитная, внутреннее окисление, питтинговая и др.)

В ГОСТ указаны металлографические способы определения глубины равномерной коррозии, локальных видов коррозии (мжкристаллитная, внутреннее окисление, питтинги, язвы), подокисленного слоя.

Глубину локальных видов коррозии определяют на травленных шлифах методами металлографического или рентгеноструктурного микроанализа с помощью оптических микроскопов и рентгеновских микроанализаторов.

Исследования на оптических микроскопах проводят при увеличениях от 100 до 500 крат.

Отбор образцов.

Для каждого метода приведены рекомендуемые размеры плоских и цилиндрических образцов. Для испытаний применяют образцы, вырезанные

из металла в состоянии поставки или из изделий. Размеры образцов должны соответствовать указанным в таблице, приведенной в ГОСТ 6130–90.

Допускают в особых случаях применение других сложной формы и размеров образцов в зависимости от назначения и вида испытаний.

Аппаратура: установки для испытания на жаростойкость, удовлетворяющие следующим основным требованиям:

имеют автоматическую регулировку температуры с точностью ±5 °С;

обеспечивают равномерное омывание поверхности испытываемых образцов газовой средой.

Газовая среда по химическому составу должна соответствовать среде, в которой будет работать испытываемый материал.

В ГОСТе подробно описаны подготовка аппаратуры и образцов к испытаниям и требования к их проведению для перечисленных выше методов испытаний.

Обработка результатов: в ГОСТ 6130–90 приведены формулы количественной оценки жаростойкости, выраженной в миллиметрах за данный период времени.

В приложении к ГОСТ 6130–90 указаны рекомендуемые области применения методов определения жаростойкости. Приведены примеры расчетов:

количественной оценки жаростойкости по глубине проникновения коррозии;

глубины проникновения коррозии за данное время по методу уменьшения массы образца;

глубины проникновения коррозии за данное время по методу увеличения массы образца;

глубины проникновения коррозии комбинированным методом.

8.10. Методы испытаний временной противокоррозионной защиты изделий

Методы устанавливают правила испытаний законсервированных изделий и средств временной противокоррозионной защиты на соответствие требованиям ГОСТов 9.014–91 и Р 9.517–2003.

Для описания методов испытаний используют термины в соответствии с ГОСТами 9.103–78, 5272–68, 16504–91, 17527–2003.

Общие положения

Средства временной противокоррозионной защиты применяются в соответствии с требованиями ГОСТ 9.014 и нормативных документов на конкретный продукт.

Приведена классификация средств временной противокоррозионной защиты.

Методы испытаний по оценке временной противокоррозионной защиты и консервации включают в себя:

оценку средств защиты на применяемость;

контроль применения средств защиты при консервации изделий;

оценку временной противокоррозионной защиты изделий при воздействии факторов окружающей среды, характерных при транспортировании и хранении.

Описаны виды средств временной противокоррозионной защиты и условия их применения, виды защиты (защита для различных металлов, защита от пота рук, защита от влаги и т.д.), характеристики защитного покрытия, образующегося на защищаемой поверхности.

Для установления срока временной противокоррозионной защиты изделий конкретного типа проводят испытания на климатических испытательных станциях в соответствии с ГОСТ 9.906–89.

Испытания средств защиты на применяемость для целей консервации проводят в соответствии с ГОСТами, указанными в ГОСТ Р 9.517–2003. Там же указаны порядок отбора образцов, подготовки и проведения испытаний.

Оценка средств защиты и показатели оценки приведены в ГОСТ 9.509. Там же описаны средства контроля.

Методы определения способности средств временной противокоррозионной защиты к проникновению в щели (стыки).

Суть метода: две металлические пластинки длиной по 150 мм накладывают одну на другую внахлест в 12 мм и определенным образом наносят средство защиты (жидкость, пасту) на верхнюю кромку.

Приведена схема нахлестки металлических пластин. Описаны технология подготовки образцов, технология нанесения средств защиты, условия проведения испытаний, обработка результатов и правила оформления результатов испытаний.

Средства контроля состоят из камеры искусственной погоды (ГОСТы 23750, 9.906–83) и камер холода любого типа.

Глава 9. Металлографические методы контроля

Металлографические методы контроля качества металлических материалов широко используются в металлургическом процессе (определяют неметаллические включения, микродефекты и др.), при термической обработке (определяют вид структуры, ее анизотропию и др.), при коррозионном и эрозионном воздействии на металл (определяют вид поражения и др.), при определении критической температуры хрупкости (для сталей) и т.д.

9.1. Методы определения микроструктуры стали

Метод устанавливает шкалы основных элементов структуры стали: перлита, мартенсита, нитридов и карбидов (в соответствии с ГОСТ 8233–56).

Суть метода: определяют тип микроструктуры и дисперсность структурных составляющих на образцах из исследуемых сталей путем сопоставления их структур с эталонными шкалами характерных микроструктур.

Для оценки микроструктуры вырезают образцы, количество, размеры и место вырезки которых должно быть оговорено в соответствующей нормативно-технической документации.

Образцы должны быть протравлены в растворах, указанных в ГОСТ 8233–56.

Для количественной оценки микроструктур в ГОСТ 8233–56 указаны правила применения увеличений микроскопа:

дисперсность пластинчатого перлита (500–1000 крат);

дисперсность зернистого перлита (500–1000 крат);

для определения размеров игл мартенсита (500–1000 крат);

для определения нитридов и карбидной сетки (500 крат);

для определения карбидной неоднородности (100 крат).

Приведены таблицы шкал и баллов размеров указанных структур.

Количественные характеристики основных элементов микроструктуры проводят на основе сопоставления структуры исследуемого образца с эталонами структур соответствующих шкал ГОСТа. При этом оценку нитридов, карбидов и карбидной неоднородности проводят сравнениями наихудшего по включениям поля зрения, встречающегося при просмотре площади шлифа, с соответствующими шкалами ГОСТ 8233–56.

Для более точного количественного металлографического анализа структурных составляющих применяют линейный или планиметрический методы.

Перлит

В зависимости от степени дисперсности пластинчатый перлит подразделяют на 10 баллов, согласно приведенной в ГОСТе табл. 4, в которой указаны характеристики перлита (сорбитообразный, скрыто-, тонко-,

мелко-, средне-, крупно-, грубопластинчатые формы) и межпластинчатые расстояния для каждой формы, мкм.

В шкале 1 приведены характерные микроструктуры пластинчатого перлита (при увеличении 1000 крат, подразделенные по 10-балльной системе (рис. 149).

В зависимости от степени дисперсности зерен цементита зернистый перлит подразделяют на 10 баллов, согласно приведенной в ГОСТ 8233–56 табл. 5, в которой указаны для каждого балла: характеристика перлита (точечный, весьма мелко-, мелко-, средне-, крупно-, грубозернистые формы) и средний диаметр зерен цементита, мкм.

В шкале 2 приведены характерные микроструктуры зернистого перлита (при увеличении 1000 крат), подразделенные по 10-балльной системе (рис. 150).

Мартенсит

В зависимости от размеров (длины) игл мартенсит подразделяют на 10 баллов, согласно приведенной в ГОСТ 8233–56 табл. 6, в которой указаны для каждого балла характеристики мартенсита (скрыто-, весьма мелко-, мелко-, средне-, крупно-, грубоигольчатые формы) и наибольшая длина игл, мкм.

В шкале 3 приведены характерные примеры микроструктуры игольчатого мартенсита при увеличении 1000 крат, подразделенные по 10-балльной системе (рис. 151).

Шкала 3 также применяется для оценки сорбита отпуска, если в нем сохранена ориентировка по мартенситу.

Нитриды

В зависимости от количества нитридов (количество штук на определенной площади микрошлифа) структуру стали подразделяют на 10 баллов, согласно приведенной в ГОСТ 8233–56 табл. 7, в которой указаны для каждого балла длина игл, количество нитридов и их протяженность на единицу площади.

В шкале 4 приведены характерные схемы микроструктур нитридов (при увеличении 500 крат), подразделенные по 10-балльной системе (рис. 152).

В зависимости от характера карбидной сетки структуру заэвтектоидных сталей подразделяют на 6 баллов, согласно приведенной в ГОСТ 8233–56 шкале 5, в которой указаны для каждого балла при увеличении 500 крат характерные микроструктуры (рис. 159).

Карбиды

В зависимости от характера карбидной неоднородности структуру стали подразделяют на 6 баллов, согласно приведенной в ГОСТ 8233–56 шкале 6, в которой указаны для каждого балла при увеличении 100 крат характерные микроструктуры: А – заэвтектоидные стали (рис. 154, *а*); Б – стали ледебуритного класса (рис. 154, *б*).

В приложении к ГОСТ 8233–56 приведены рекомендуемые шкалы соотношения феррита и перлита, зернистого и пластинчатого перлита, мартенсита и троостита.

В шкале 7 приведены примеры характерных микроструктур при увеличении 100 крат в ферритно-перлитной стали, подразделенных по 10-балльной системе (рис. 155). Указано соотношение феррита и перлита.

В шкале 8 приведены примеры характерных микроструктур перлитной стали (при увеличении 500 крат), подразделенных по 10-балльной системе (рис. 156). Показано соотношение зернистого и пластинчатого перлита.

В шкале 9 приведены примеры характерных микроструктур стали при увеличении 500 крат, подразделенных по 10-балльной системе (рис. 157). Показано соотношение мартенсита и троостита.

9.2. Методы определения неметаллических включений в стали

Металлографические методы определения неметаллических включений в сталях всех марок и выплавки устанавливают правила испытаний литого и деформированного металла на загрязнение неметаллическими включениями (в соответствии с ГОСТ 1778–70).

В ГОСТ 1778–70 приведены характеристики видов неметаллических включений (оксиды, силикаты, сульфиды, нитриды).

Оксиды представляют собой:

включения отдельных мелких зерен, чаще корунда и шпинеля, расположенные в виде строчек;

точечные включения преимущественно простых и сложных кристаллов, оксидов в виде отдельных частиц или разрозненных групп, рассредоточенных по всей плоскости шлифа.

К силикатам относятся:

разрушенные в результате деформации вытянутые в сплошные строчки хрупкие силикаты или силикатные стекла, иногда вместе с включениями оксидов;

пластично деформированные включения силикатов или силикатных стекол, вытянутые по направлению волокна;

включения, отличающиеся от сульфидов более темным цветом и прозрачностью в темном поле зрения;

недеформирующиеся (глобулярные) единичные или групповые округлые или неправильной формы включения силикатов и силикатных стекол, крупные частицы сложных соединений, содержащих оксидные включения.

К сульфидам относятся:

пластичные, непрозрачные в темном поле зрения, вытянутые по направлению волокна отдельные включения или группы включений, как правило, двойного сульфида железа и марганца.

К нитридам относятся:

строчки и рассредоточенные по всему полю зрения желто-розовые кристаллы нитридов и карбонитридов титана, преимущественно правильной формы;

строчки и рассредоточенные по всему полю зрения бледно-розовые включения нитридов и карбонитридов ниобия неправильной и округлой формы;

темные кристаллы нитридов алюминия, в основном, правильной формы, анизотропные.

Неметаллические включения определяют:

методом Ш – сравнением с эталонными шкалами; применяется для исследования деформированного металла;

методом К – подсчетом количества включений; применяется для исследования деформированного и литого металла;

методом П – подсчетом количества и объемного процента включений; применяется для исследования деформированного и литого металла;

методом Л – линейным подсчетом включений; применяется для исследования литого металла.

Количество образцов для определения загрязненности металла неметаллическими включениями указывается в стандартах на продукцию и в технической документации, утвержденной в установленном порядке, и зависит от требуемой точности определения.

Указаны порядок и правила отбора образцов от деформированного металла (прутков, бунтов, труб, листов, полос) и литого металла (слитков, проб, отливок), заготовок для разрывных образцов.

На приведенных ниже рисунках показаны схемы характерных мест вырезки образцов для изготовления шлифов из различных полуфабрикатов:

из круглого и квадратного профилей различного размера (рис. 158, 159);

из труб различного диаметра (рис. 160, 161);

схемы вырезки образцов из листов и полос различной толщины (рис. 162);

из слитка (рис. 163);

из отливки сложной формы (трефы) (рис. 164).

В ГОСТ 1778–70 приведены различные методы испытаний.

Метод Ш

Суть метода: оценку неметаллических включений деформированного металла диаметром или толщиной не менее 6 мм производят под микроскопом сравнением с эталонными шкалами нетравленых шлифов с продольным направлением волокон.

В методе Ш приведена пятибалльная шкала, классифицирующая различные виды неметаллических включений. В табл. 1 ГОСТ 1778–70 даны критерии оценки загрязненности шлифов и плавки неметаллическими включениями.

Метод К

Суть метода: подсчитывают количество включений в литых и деформированных сталях под микроскопом на нетравленых шлифах.

Для деформированного металла применяют шлифы с продольным направлением волокна.

Площадь шлифа просматривают при строго определенном увеличении и цене деления окулярной шкалы. Отдельно определяют количество кислородных, сульфидных и нитридных включений по размерным группам, установленным в методе К.

Приведены правила и формулы оценки размеров вытянутых включений, таблица, в которой даны критерии оценки загрязненности неметаллическими включениями данного вида шлифа и плавки.

Метод П

Суть метода: площадь включений литых и деформированных сталей определенных размеров подсчитывают под микроскопом на нетравленых шлифах. Для оценки деформированного металла применяют шлифы с поперечным направлением волокон. Допускается применение шлифов с продольным направлением волокон.

В методе П приведены 13-балльная шкала, классифицирующая размер включений по площади, и таблица, в которой даны критерии оценки загрязненности неметаллическими включениями шлифа и плавки.

Приведены формулы подсчета средней площади включений, содержания включений в объемных процентах.

Метод Л

Суть метода: загрязненность литой стали неметаллическими включениями определяют под металлографическим микроскопом на нетравленных шлифах; оценивают максимальные размеры включений, которые измеряют и фиксируют в соответствии с 8 группами, указанными в таблице, приведенной в этом методе.

Загрязненность шлифов оценивают отдельно по кислородным, сульфидным и нитридным включениям или совокупно по всем видам включений. Приведены формулы для вычисления загрязненности неметаллическими включениями плавки методом Л.

В приложении 1 к ГОСТ 1778–70 даны варианты методов определения загрязненности неметаллическими включениями металла различных способов производства и групп стали.

9.3. Методы определения величины зерна в сталях и сплавах

Метод устанавливает металлографические способы выявления и определения величины зерна в сталях и сплавах (в соответствии с ГОСТ 5639–82).

Металлографическими методами определяют:

величину действительного зерна (после горячей деформации или любой термической обработки);

склонность зерна к росту – определением величины зерна аустенита после нагрева при температуре и времени выдержки, установленных нормативно- технической документацией на стали и сплавы;

кинетику роста зерен – определением величины зерна после нагрева в интервале температур и времени выдержки, установленных нормативно-технической документацией на стали и сплавы.

В ГОСТ 5639–82 указаны правила отбора образцов, их величина и количество для различных видов испытаний.

Методы выявления границ зерен

Для выявления границ зерен используют методы травления, цементации, окисления, сетки феррита или цементита, сетки перлита (троостита), вакуумного термического травления.

Метод выбирают в зависимости от химического состава стали и цели испытания.

Метод травления. Применяют для выявления границ действительного зерна, а также границ зерен аустенита в углеродистых и легированных сталях, закаливающихся на мартенсит или бейнит, и сталях, в которых затруднено получение ферритной или цементитной сетки.

В ГОСТ 5639–82 приведены реактивы, режимы и способы травления шлифов для выявления границ зерен.

Метод цементации. Применяют для выявления зерна аустенита в сталях, предназначенных для цементации, и для углеродистых нецементируемых сталей с массовой долей углерода до 0,25%.

Границы зерен выявляются в цементированном слое в виде сетки вторичного цементита.

В ГОСТ 5639–82 приведены правила, температурные и временные режимы цементации, реактивы, которыми после цементации выявляют цементитную сетку.

Метод окисления. Применяют для конструкционных и инструментальных (углеродистых и легированных) сталей.

Границы зерен аустенита выявляются по сетке оксидов.

В ГОСТ 5639–82 приведены режимы и среды нагрева, реактивы, которыми выявляют границы зерен после нагрева.

Метод сетки феррита или цементита. Применяют для выявления границ зерен в доэвтектоидных (с массовой долей углерода до 0,6%) и заэвтектоидных сталях.

Границы зерен выявляются после нагрева до определенной температуры и времени выдержки. Описаны режимы термической обработки образцов для образования ферритной или цементитной сетки.

В ГОСТ 5639–82 приведены реактивы и режимы последующего травления микрошлифов для выявления ферритной или цементитной сетки.

Метод сетки перлита (троостита). Применяют для углеродистых и низколегированных сталей, близких по составу к эвтектоидным.

Границы зерен выявляются темнотравящейся сеткой перлита в переходной зоне образца.

Приведены режимы нагрева при определенных температуре и времени и особенности охлаждения образца для образования сетки перлита, реактивы и режимы травления микрошлифов после термической обработки.

Метод вакуумного термического травления. Применяют для определения кинетики роста аустенитного зерна.

Метод основан на избирательном испарении металла по границам зерен при высоких температурах.

Для выявления зерна этим методом используют высокотемпературные микроскопы.

Описана технология проведения этого метода травления в вакууме.

Методы определения величины зерна

Величину зерна определяют методами:

визуального сравнения видимых под микроскопом зерен с эталонами, приведенными в Приложении 2 ГОСТ 5639–82, с определением номера зерна;

подсчета количества зерен, приходящихся на единицу поверхности шлифа, с определением среднего диаметра и средней площади зерен;

подсчета пересечений границ зерен отрезками прямых с определением среднего условного диаметра (при равноосных зернах) или количества зерен в 1 мм^2 (при неравноосных) зернах;

измерения длин хорд под микроскопом или на микрофотографиях с определением относительной доли зерен определенного размера;

ультразвуковым, основанным на зависимости затухания ультразвуковых колебаний в поликристаллическом материале от размера зерна.

Для всех методов описан порядок проведения измерений, имеются шкалы, таблицы и формулы расчетов величины зерен.

В Приложении к ГОСТ 5639–82 приведены примеры:

подсчета количества зерен на единицу поверхности шлифа и расчета среднего диаметра зерна;

подсчета пересечения зерен при равноосных и неравноосных зернах;

оценки величины зерен в разнозернистой структуре методом измерения длин хорд;

определения величины зерна ультразвуковым методом.

9.4. Метод оценки микроструктуры листов и лент из сталей

Метод устанавливает правила металлографических способов оценки структурно-свободного цементита, перлита, полосчатости и видманштеттовой структуры в листах и лентах из малоуглеродистой и углеродистой сталей (в соответствии с ГОСТ 5640–68).

Описаны правила вырезки образцов для изготовления микрошлифов, направление вырезки и количество образцов, необходимое для различных измерений, правила удаления наклепанного от механической обработки слоя.

Приведены травители и режимы травления для правильного и полного выявления исследуемых структурных составляющих. Описаны необходимые увеличения при наблюдении под микроскопом для оценки каждого вида структурных составляющих.

Приведены шестибалльные шкалы оценки каждого вида структурных составляющих:

шкала 1 – структурно-свободный цементит (табл. 1 ГОСТ 5640–80);

шкала 2 – перлит в малоуглеродистой деформированной стали (табл. 2);

шкала 3 – полосчатость ферритно-перлитной структуры (табл. 3);

шкала 4 – видманштеттова структура (табл. 4).

В каждой таблице дано описание и приведены рисунки микроструктуры в зависимости от номера балла.

9.5. Методы определения структуры отливок из чугуна

Методы устанавливают правила определения и оценки структуры серого чугуна с пластинчатым графитом, высокопрочного чугуна с шаровидным и вермикулярным графитом и ковкого чугуна с компактным графитом (в соответствии с ГОСТ 3443–87 с учетом ИСО 945-75).

Распространяются на структуры нелегированного и низколегированного чугуна в литом состоянии, подвергнутого отжигу для снятия внутренних напряжений, высокотемпературному отжигу, нормализации и другим видам термической обработки.

Не распространяются на высокопрочные чугуны.

Структуру чугуна определяют по графиту и металлической основе.

При определении графита устанавливают форму, распределение, размеры, количество включений графита.

При определении металлической основы устанавливают вид структуры, форму перлита, содержание перлита (или феррита), его дисперсность, строение, распределение, размеры ячеек сетки и площадь включений фосфидной эвтектики, количество и размеры включений цементита (или цементита ледебурита).

В табл.1 ГОСТ 3443–87 указаны условные обозначения компонентов структуры чугуна и их характерные особенности.

В ГОСТе указаны правила и места вырезки образцов из отливок, специально отлитых проб и литых заготовок. Описаны порядок изготовления шлифов и реактивы для их травления с целью выявления определенного вида структуры (см. приложение 2 ГОСТ 3443–87).

В зависимости от вида чугуна графит в его структуре определяют по шкалам 1–4 (приложение 3 ГОСТ 3443–87):

для чугуна с пластинчатым графитом – по шкале 1;

» » с вермикулярным графитом – по шкале 2;

» » с шаровидным графитом – по шкале 3;

» » с компактным графитом – по шкале 4.

Формы включений графита оценивают:

» » с пластинчатым графитом – по шкале 1А;

» » с вермикулярным графитом – по шкале 2А;

» » с шаровидным графитом – по шкале 3А;

» » с компактным графитом – по шкале 4А.

Размеры включений графита оценивают по табл. 2 ГОСТа и по шкалам:

для чугуна с пластинчатым графитом – по шкале 1Б;

» » с вермикулярным графитом – по шкале 2Б;

» » с шаровидным графитом – по шкале 3Б;

» » с компактным графитом – по шкале 4Б.

В зависимости от количества включений графита структуру чугуна оценивают по табл. 3 и 4 ГОСТа.

Определение структуры металлической основы чугуна

Для разных типов основы структуру чугуна определяют по табл. 5–10 ГОСТ 3443–87, где описаны характерные типы структур, их условные обозначения в зависимости от количества и степени дисперсности.

В шкале 1 приложения 3 ГОСТа приведены примеры иллюстраций формы включений графита (рис. 165), их размеры и распределение (рис. 166).

В шкале 2 приведены виды вермикулярного графита в структуре чугуна. Показаны их характерная форма, распределение, количество включений в процентах.

В шкале 3 показаны типичные виды шаровидного графита в структуре чугуна: их форма, размеры, распределение, количество.

В шкале 4 показаны типичные виды компактного графита в структуре ковкого чугуна: форма включений, их размеры, распределение.

В шкале 5 показан вид структуры металлической основы чугуна.

В шкале 6 показан вид структуры чугуна с различным содержанием и формой перлита и феррита.

В шкале 7 показаны виды краевой зоны ковкого чугуна.

В шкале 8 представлены различные виды дисперсности перлита в структуре чугуна.

В шкале 9 показаны виды фосфидной эвтектики в структуре чугуна.

В шкале 10 показаны виды цементита в структуре чугуна (рис. 167).

9.6. Методы определения ферритной фазы в прутках из аустенитной стали

Методы устанавливают правила определения ферритной фазы в прутках из аустенитной стали металлографическим и магнитным способами (в соответствии с ГОСТ 11878–66).

Распространяются на аустенитные нержавеющие стали большинства марок, указанных в ГОСТе. Контролю на содержание ферритной фазы (СФФ) подвергают кованые и катаные прутки диаметром или толщиной от 80 до 270 мм.

В ГОСТ 11878–66 указаны порядок отбора образцов и вырезки шлифов, определения СФФ.

Определение СФФ металлографическим методом

Суть метода: микрошлиф подвергают электролитическому или химическому травлению в указанных в ГОСТе реактивах, шлиф просматривают под микроскопом и визуально оценивают в баллах или в процентах путем сравнения с фотоэталонами прилагаемой шкалы.

Определение СФФ магнитным методом

Суть метода: основным магнитным методом высшей точности является метод магнитного насыщения на приборе ферритометре (ГОСТ 26364–90). Определение СФФ проводят на шлифованной поверхности макрошлифов, изготовленных на анализируемых образцах.

9.7. Методы оценки макроструктуры проката из сталей

Методы устанавливают правила оценки и эталонные шкалы для контроля макроструктуры, а также классификацию дефектов макроструктуры и изломов прутков и заготовок диаметром или толщиной от 40 мм (наименьшая сторона) до 250 мм (наибольшая сторона) поперечного сечения (в соответствии с ГОСТ 10243–75).

Распространяются на кованые и катаные углеродистые легированные и высоколегированные стали. Допускается по согласованию с потребителем использовать для контроля заготовок, поковок и изделий других сечений и размеров.

Необходимость проведения контроля макроструктуры, количества проб и мест отбора по длине раската слитка, размеров проб после перековки, а также нормы по допускаемым дефектам и перечень недопускаемых дефектов определяются стандартами или техническими условиями на конкретные виды продукции.

Суть методов: методы основаны на различии в травимости макротемплетов бездефектного металла и участков с наличием пор, ликвации, неоднородности структуры и других дефектов и на различии вида разрушения металла с пористостью, флокенами, перегревом, скосами и без них.

В ГОСТ 10243–75 изложены правила контроля качества металла по макроструктуре и излому, способы выявления макроструктуры (оборудование, реактивы, режимы травления), подготовка изломов к их изучению и выявление дефектов металла. Даны необходимые увеличения при изучении макроструктуры и изломов.

Отбор проб и изготовление образцов. В ГОСТ 10243–75 описаны правила вырезки заготовок и образцов из слитков и прутков.

Даны рекомендации по контролю проб и заготовок:

при разливке металла сверху, сифоном;

для металла вакуумно-индукционной выплавки;

для металла вакуумно-дугового, электронно-лучевого, плазменнодугового, электрошлакового и других переплавов;

проб для контроля на флокены.

Приведены схемы вырезки образцов, описаны схемы очистки поверхности изломов, порядок оценки протравленных темплетов и изломов.

Определение вида и оценку степени развития дефектов макроструктуры проводят сравнением вида свежепротравленных образцов с эталонами шкал, приведенных в ГОСТе 10243–75 (см. приложение 2) или с фотоснимками и их описаниями (см. приложение 4).

Каждая шкала подразделяется на пять баллов по степени возрастания размеров или количества дефектов. В приложении 3 ГОСТа приведены шкалы макроструктур, иллюстрирующие следующие виды дефектов:

шкала 1 – центральная пористость;

шкала 2 – точечная неоднородность;

шкала 3 – общая пятнистая ликвация;

шкала 4 – краевая пятнистая ликвация;

шкала 5 – ликвационный квадрат;

шкала 6 – подусадочная ликвация;

шкала 7 – подкорковые пузыри;

шкала 8 – межкристаллитные трещины;

шкала 9 – послойная кристаллизация;

шкала 10 – светлая полоска (контур).

Приведены формы оформления результатов испытаний.

В приложении 5 к ГОСТ 10243–75 приведены методы контроля химической неоднородности стали с помощью отпечатков.

Метод серного отпечатка (по Бауману)

Для получения отпечатка, позволяющего судить о распределении серы в металле, темплеты шлифуют до удаления рисок, полируют (по ГОСТ 6456–82), обезжиривают и протирают 5%-ным раствором серной кислоты (по ГОСТ 4204–77). Фотобумагу, предварительно замоченную в этом же растворе кислоты , накладывают эмульсионной стороной на поверхность темплета. Отпечатки снимают при комнатной температуре в течение 3 – 15 мин в зависимости от легирования стали и содержания в ней серы и фосфора. В местах скопления сернистых включений потемнение фотобумаги будет максимальным в соответствии с количеством образующегося здесь сернистого серебра.

Готовый отпечаток определенным образом обрабатывают в фиксаже и просушивают.

Метод выявления скоплений свинца (по Бреггу)

Плоскость темплета шлифуют, обезжиривают и опускают в 10%-ный раствор надсернокислого аммония, выдерживая его до получения серой окраски, затем вынимают и высушивают. Бромсеребряную бумагу (ГОСТ 10752–79) замачивают на определенное время в тиосульфате натрия, высушивают и снова замачивают в 5%-ном водном растворе едкого натра

(ГОСТ 4328–77), слегка подсушивают и накладывают на темплет эмульсионной стороной.

Готовый отпечаток погружают на определенное время в 5%-ный раствор сульфида натрия (ГОСТ 2053–77), промывают водой и высушивают.

При наличии в стали свинца отпечаток получается светло-коричневого цвета с темными пятнами в местах ликвации.

Оценку отпечатков, полученных указанными методами, проводят сравнением их с внутризаводскими эталонами или описанием характера распределения серы или свинца. Например: равномерное или неравномерное распределение, в форме сплошного квадрата или контура, в осевой или краевой зоне и др.

9.8. Методы оценки макроструктуры жаропрочных сплавов

Методы устанавливают правила оценки и контроля макроструктуры и изломов жаропрочных сплавов (в соответствии с ГОСТ 22838–77).

Распространяются на прокат из жаропрочных сплавов на никелевой и железоникелевой основе в виде прутков и заготовок толщиной или диаметром от 20 до 220 мм, полученных методом горячего деформирования.

Допускается применять эти методы контроля для оценки проката других сплавов и размеров.

Суть методов: на шлифах и изломах выявляют макроструктуру и дефекты и оценивают их путем сопоставления с соответствующими шкалами.

По шкалам, приведенным в ГОСТ 22838–77, оценивают следующие виды макроструктур и дефектов:

центральная пористость;
ликвационный квадрат;
подусадочная ликвация;
подкорковые пузыри;
межкристаллитные трещины;
светлые полоски (контур);
точечно-пятнистая неоднородность;
полосчатая неоднородность;
структура слоистого излома;
расслоение в изломе;
разнозернистая макроструктура;
остатки лигатуры;
частицы короны;
поджог;
слоисто-волокнистый излом;
величина макрозерна (шкала 6).

Дано описание макроструктур и некоторых дефектов. Предлагается при одновременном присутствии нескольких дефектов оценку и классификацию каждого дефекта проводить отдельно.

В ГОСТе 22838–77 приведены методы отбора проб для оценки макроструктуры и вида излома при различных способах выплавки, разливки и переплава, указаны места вырезки и количество образцов из проб и заготовок различного диаметра.

Указаны реактивы и режимы травления для выявления макроструктуры, описаны порядок подготовки макрообразцов для исследования, методики оценки макроструктуры и изломов (в соответствии с требованиями ГОСТ 10510–80).

9.9. Методы определения глубины обезуглероженного слоя в сталях

Методы устанавливает правила определения глубины обезуглероженного слоя сталей (в соответствии с ГОСТ 1763–92 с учетом ИСО 3887-77).

Распространяются на деформируемые стали: конструкционные, инструментальные, рессорно-пружинные, подшипниковые, поставляемые в виде горячекатаных и кованых прутков и заготовок диаметром или стороной квадрата до 150 мм, горячекатаных полос, труб, листов, лент, катанки, холоднокатаных листов и лент, а также холоднотянутых прутков, проволоки, труб. По соглашению сторон эти методы распространяются на другие виды продукции.

Глубину обезуглероженного слоя определяют:

металлографическими методами – М, М1, М2;

методом измерения термоэлектродвижущей силы (ТЭДС);

методом измерения твердости – Т;

методом измерения микротвердости – МТ;

химическим методом – Х.

В табл. 5 приведена информация для выбора метода оценки обезуглероживания.

Таблица 5

Рекомендации по выбору и применению методов определения обезуглероживания

Наименование метода	Преимущественное применение	Вид сортамента
М	Для конструкционных – углеродистых и легированных сталей с содержанием углерода не менее 0,3%, для инструментальных, углеродистых и легированных сталей, для рессорно-пружинных и подшипниковых сталей	Все виды, кроме сортамента, метода «Х»
М1	Для заэвтектоидных сталей	То же

М2	Для быстрорежущей стали	» »
ТЭДС	Для инструментальных углеродистых и легированных, быстрорежущих, для подшипниковых сталей	» »
Т	Для углеродистых, легированных (конструкционных, инструментальных, в том числе быстрорежущих), подшипниковых сталей	» »
МТ	Для сталей с углеродом не менее 0,7%	» »
Х	Для сталей всех марок	Профили, обеспечивающие возможность равномерного снятия стружки

При определении глубины обезуглероженного слоя различают две зоны обезуглероживания: зону полного обезуглероживания и зону частичного обезуглероживания.

Зона полного обезуглероживания характеризуется структурой чистого феррита, зона частичного обезуглероживания – структурой, отличной от структуры основного металла.

Общая глубина обезуглероживания включает в себя обе зоны и измеряется от края шлифа до основной структуры металла.

Глубину обезуглероженного слоя определяют как максимальную глубину для заданного образца или как среднюю величину из 5 измерений в местах наиболее значительного обезуглероживания с указанием максимальной глубины.

Метод М

Суть метода: глубину обезуглероженного слоя определяют по структуре под микроскопом на поперечных травленых шлифах.

Образцы для различных изделий и полуфабрикатов вырезают по правилам ГОСТ 1763–68.

Глубину обезуглероженного слоя определяют в миллиметрах при увеличении 100 крат. Допускается увеличение 200–500 крат.

В случае необходимости глубину обезуглероживания определяют в процентах по формуле: $О = (А/Б)\cdot 100$, где О – глубина обезуглероживания, мм; А – глубина обезуглероживания при одностороннем измерении, мм, Б – толщина проката или полуфабриката, мм.

Зона полного обезуглероживания характеризуется структурой чистого феррита.

Зона частичного обезуглероживания характеризуется: для доэвтектоидной стали ферритно-перлитной структурой, содержание феррита в которой больше, чем в основной структуре, и для заэвтектоидной стали – ферритно-перлитной структурой ,зоной пластинчатого перлита, обедненной карбидами (рис. 168, *а–г*).

Метод М1 (карбидной сетки)

Суть метода: глубину обезуглероженного слоя определяют по структуре под микроскопом на поперечных травленых шлифах, изготовленных на образцах, подвергнутых специальной термической обработке и окрашивающему травлению.

Образцы вырезают по правилам ГОСТ 1769–65. Образцы нагревают до температуры 950 °С в условиях, исключающих обезуглероживание (например, в расплаве поваренной соли с добавкой активированного угля 0,5–2%). Составы ванн и режимы термической обработки приведены в ГОСТе 1763–92. После этого шлифы травят в течение 5–30 мин в одном из кипящих реактивов, окрашивающих карбидную сетку, также приведенных в указанном ГОСТе.

Зона полного обезуглероживания характеризуется структурой, описанной в методе М, зона частичного обезуглероживания – ферритно-перлитной структурой без окрашенной в темный цвет карбидной сетки.

Оценку глубины обезуглероживания проводят так же, как в методе М.

Метод М2 (метод Садовского)

Суть метода: глубину обезуглероженного слоя определяют по структуре под микроскопом на поперечных травленых шлифах, изготовленных на образцах, подвергнутых специальной термической обработке.

Образцы нагревают в хорошо раскисленной хлорбариевой ванне при температуре закалки. Охлаждение производят в масляной или соляной ванне (первая ванна), затем переносят во вторую ванну и выдерживают при температуре отпуска определенное время, затем охлаждают на воздухе.

Зона полного обезуглероживания характеризуется структурой, указанной в методе М1, зона частичного обезуглероживания – темно-травящейся трооститной или игольчатой троостомартенситной структурой.

Метод измерения ТЭДС

Суть метода – измерение ТЭДС на обезуглероженной и необезуглероженной поверхностях образца.

Отбор образцов и подготовку поверхности проводят по ГОСТ 1763–92. Аппаратура собирается по схеме, указанной в этом же ГОСТе. Методика проведения измерений описана там же.

Образец считают необезуглероженным, если разница в показаниях прибора на лыске и на поверхности образца не превышает установленный по эталонам величины.

Метод измерения твердости Т

Суть метода: глубину обезуглероживания определяют путем измерения твердости на поперечном сечении образцов, подвергнутых термической обработке.

Отбор образцов и подготовку их к измерениям проводят по ГОСТ 1763–92, Термическую обработку проводят по режимам, предусмотренным соответствующими стандартами или техническими условиями для сталей данной марки, в условиях, исключающих возможность дополнительного обезуглероживания (например, нагрев в соляной ванне).

Твердость измеряют по ГОСТ 9013–59. Образец считается не обезуглероженным, если его твердость соответствует нормам твердости для стали данной марки, установленным в соответствующих стандартах или технических условиях.

Метод измерения микротвердости МТ

Суть метода: глубину обезуглероженного слоя определяют измерением микротвердости по поперечному сечению закаленного образца от поверхности к центру.

Отбор образцов, их вырезка и приготовление шлифов проводятся, как указано в методе Т.

Микротвердость измеряют на поперечных нетравленых образцах с нагрузкой не более 2 Н (200 гс) по ГОСТ 9450–76. Расстояние между отпечатками должно превышать диагональ отпечатка не менее, чем в 2,5 раза. Измерения выполняют до получения стабильных результатов микротвердости, соответствующих твердости основного металла.

Химический метод

Суть метода: определяют содержание углерода в стружке с образца, снятой послойно толщиной не более 0,1 мм.

Содержание углерода определяют по ГОСТам 22.536.1–88, 12344–88, 28473–90.

Глубину обезуглероженного слоя определяют по глубине расположения того слоя стружки, содержание углерода в котором соответствует марочному составу.

9.10. Метод определения коррозионных поражений металлических материалов

Метод устанавливает правила металлографического определения коррозионных поражений в металлических материалах (в соответствии с ГОСТ 9.908–85).

Суть метода: метод основан на определении типа коррозии, формы коррозионного поражения, распределения коррозионного поражения в металлах, сплавах и защитных металлических покрытиях (далее – материалах) путем сравнения с соответствующими типовыми формами, а также измерения глубины коррозионного поражения на металлографическом шлифе.

Место отбора образцов из испытуемого материала выбирают на основе результатов визуального (невооруженным глазом или с помощью лупы) осмотра поверхности или неразрушающей дефектоскопии.

Образцы вырезают из следующих мест материала:

если коррозией поражена только часть поверхности материала, образцы отбирают в трех местах: из части, пораженной коррозией; из части, не пораженной коррозией, и на участке между ними;

если имеются участки поверхности материала с различными видами коррозии или с различной глубиной коррозионного поражения, образцы отбирают из всех участков, пораженных коррозией;

если на поверхности материала имеется один тип коррозионного поражения, образцы отбирают не менее, чем из трех характерных участков исследуемого материала.

При необходимости отбирают не менее одного образца из не менее пяти функционально необходимых участков испытуемого материала. Размер

образца определяют, исходя из размеров зоны коррозионного поражения.

Образцы вырезают таким образом, чтобы плоскость шлифа была перпендикулярна исследуемой поверхности. Способ изготовления не должен влиять на структуру материала и разрушать поверхностный слой и кромки образца. Для материалов с защитными покрытиями не допускается повреждение покрытия и отрыв его от основного материала.

Маркировка образца проводится по ГОСТ 9.905–82.

При изготовлении металлографического шлифа с поверхности образца удаляют все следы вырезки, например заусенцы.

При операциях шлифования и полирования шлифа необходимо следить за тем, чтобы не изменились характер и размер коррозионного поражения. Кромки шлифа в месте коррозионного поражения не должны иметь закруглений. Допускаются закругления, не влияющие на точность определения коррозионного поражения. Для этого рекомендуется заливать образец в заливную массу таким образом, чтобы исследуемая кромка находилась на расстоянии не менее 10 мм от края шлифа. Полировку проводят кратковременно алмазными пастами.

Оценку шлифа проводят до и после травления. Травление позволяет установить различие между коррозионным поражением и структурой материала. При травлении не должны быть изменены характер и размеры коррозионного поражения.

При определении и оценке типа коррозии, формы коррозионного поражения и его распределения в материале необходимо учитывать химический состав испытуемого материала, способ его обработки, а также все коррозионные факторы.

Испытания проводят на металлографическом шлифе под микроскопом при увеличениях 50,100, 500 и 1000 крат.

На одном образце допускается определять несколько типов коррозии.

Глубину коррозионного поражения определяют на шлифе с помощью окулярной шкалы и микрометрического винта микроскопа по разности толщины металла прокорродировавшего участка поверхности шлифа и участка поверхности без коррозии или измерением глубины поражения от поверхности, неразрушенной или незначительно разрушенной коррозией.

При испытании материала с защитным покрытием глубину коррозионного поражения покрытия и основного металла измеряют отдельно.

В ГОСТе 9.908–85 приведены шкалы, где указаны типы коррозии, характеристика форм коррозионных поражений, схемы типичного вида коррозионных поражений (рис. 169).

Для разных видов коррозии отличительными чертами являются:

для сплошной равномерной коррозии – равномерная глубина слоя коррозионного поражения и постоянная скорость протекания коррозии (рис. 169, *а*);

для коррозии пятнами – мелкие коррозионные поражения неправильной формы, глубина которых невелика (рис. 169, *б*);

для коррозионной язвы – отдельные коррозионные поражения, глубина которых приблизительно равна их ширине (рис. 169, *в*);

для питтинговой коррозии – коррозионное поражение, глубина которого значительно превышает его диаметр (рис. 169, *г*);

для межкристаллитной коррозии – проникновение коррозионного поражения в глубь металла вдоль границ зерен (рис. 169, *д*);

для транскристаллитной коррозии – возникновение большого количества транскристаллитных трещин (рис. 169, *е*).

9.11. Метод определения газовой пористости в литейных алюминиевых сплавах

Метод устанавливает правила определения газовой пористости в алюминиевых литейных сплавах металлографическим способом (в соответствии с ГОСТ 1583–73).

Распространяется на все марки алюминиевых литейных сплавов.

Суть метода: микрошлиф, изготовленный из чушек, протравливают и сравнивают со шкалой пористости, приведенной в этом ГОСТе.

Степень газовой пористости шлифов в баллах устанавливают путем сравнения их со шкалой, состоящей из пяти эталонов. Приведена шкала пористости литейных алюминиевых сплавов (рис. 170).

В ГОСТе 1583–73 даны таблицы, где указаны порядок приготовления шлифов, реактивы и режимы травления, а также их применение для различных составов сплавов.

Приведена таблица допускаемого количества пор на 1 см^2 поверхности шлифа и их диаметр в зависимости от номера эталона.

9.12. Метод определения эрозии паяемого материала

Метод устанавливает правила определения эрозии при пайке и лужении по глубине металлографическим способом (в соответствии с ГОСТ 21549–76).

Контроль глубины эрозии проводят при выборе припоя и материала изделия, разработке технологического процесса пайки и лужения и измерении их параметров.

Суть метода: глубину химической эрозии определяют на шлифах, поверхность которых подвергают травлению для выявления структуры и исследуют под металлографическим микроскопом при увеличениях 50 – 500 крат.

Шлифы для определения эрозии при пайке и лужении изготавливают из паяных внахлестку или луженых образцов. В ГОСТ 21549–76 приведены формы и размеры образцов, описаны подготовка и проведение испытаний.

9.13. Метод выявления и определения толщины прослойки химических соединений в паяных соединениях

Метод устанавливает правила, выявляет и определяет толщину прослойки химического соединения на границе паяемый металл – паяемый шов или паяемый металл – луженый слой металлографическими способами (в соответствии с ГОСТ 21548–76).

Суть метода: изготавливают шлифы, плоскость которых перпендикулярна к паяным или луженым поверхностям образца и химическим, электрохимическим или другими способами выявляют структуру паяного соединения. Толщину прослойки измеряют под металлографическим микроскопом.

Шлифы для выявления и определения толщины химического соединения изготавливают из паяных внахлестку или луженых образцов. Форма и размеры образцов, паяемых внахлестку, должны соответствовать указанным на рис. 171.

Для воспроизведения условий лужения или пайки погружением используют образцы, форма и размеры которых должны соответствовать указанным на рис. 172.

В ГОСТе 21548–76 описана подготовка к испытаниям образцов внахлестку и образцов из полосы, трубы и проволоки. Приведены рекомендации по пайке и лужению образцов.

Описаны правила проведения испытаний: из образцов изготавливают шлифы, на которых химическим, электрохимическим или другим методом выявляют структуру паяного соединения. Толщину прослойки измеряют под металлографическим микроскопом при увеличениях 300 – 1000 крат.

9.14. Фрактографические методы определения критической температуры хрупкости (КТХ) стали

Для обеспечения надежности эксплуатации конструкционных сталей, необходим анализ изломов образцов после испытаний на ударный изгиб.

В качестве сравнительной оценки сталей рекомендуют определение их критической температуры хрупкости (КТХ) по виду изломов, полученных после испытаний на ударный изгиб. Поскольку ГОСТов на определение КТХ не существует, ниже приводятся

общепринятые методы таких определений.

Определение КТХ по изломам ударных образцов

Типичными изломами конструкционных сталей являются волокнистый (вязкий) и кристаллический (хрупкий). Изломы обоих видов могут быть получены на одном и том же образце в зависимости от температуры испытания: с понижением температуры испытания величина площади поверхности разрушения, имеющей кристаллическое строение, увеличивается.

Температурный интервал испытаний, в котором происходит изменение характера разрушения, называется *температурным интервалом хрупкости*. За критическую температуру хрупкости (КТХ) принимают температуру, при которой наблюдается отчетливо выраженная смена механизма разрушения на определенной, условно принятой части поверхности разрушения. КТХ не является константой для данной стали, а зависит от условий испытаний (геометрии образца, скорости деформации и др.).

Изменение характера разрушения происходит в определенном температурном интервале, который характеризуется двумя температурами:

верхней критической температурой хрупкости ($T_в$), выше которой излом полностью (свыше 95%) вязкий;

нижней критической температурой хрупкости ($T_н$), ниже которой излом полностью (более 95%) хрупкий.

КТХ определяют на образцах, изготовленных по ГОСТ 9454, типа 1; 11 и 15 (предпочтительным является образец типа 11).

Фрактографические методы определения критической температуры хрупкости металлических материалов основаны на определении доли вязкой составляющей (В) в изломе серии образцов, подвергнутых испытаниям на ударный изгиб при различных температурах. Вязкой составляющей в изломе называют участки поверхности разрушения, характеризующиеся при визуальном определении и малых увеличениях волокнистым строением, а при электронно-микроскопическом – ямочным внутризеренным или ямочным межзеренным рельефом.

Хрупкой составляющей в изломе называют участки поверхности разрушения, имеющие при визуальном определении и под световым микроскопом блестящее кристаллическое строение, а при электронно-микроскопическом – вид фасеток скола или квазискола, часто с ручьистым узором, или гладких фасеток межзеренного разрушения.

В случае резкого перехода от вязкого разрушения к хрупкому в узком температурном интервале, когда $T_в - T_н \leq 10$ °С, за КТХ принимают середину

температурного интервала резкого изменения вида излома и обозначают T_{50}, что соответствует 50% вязкой составляющей в изломе. Для материалов, характеризующихся протяженным температурным интервалом перехода от вязкого разрушения к хрупкому, используют температуры T_{90}, T_{50}, T_{10}, соответствующие присутствию в изломе 90; 50 и 10% вязкой составляющей. В практике и в этом случае в качестве КТХ удобно использовать T_{50}.

Доля вязкой составляющей (B) и доля хрупкой составляющей (ХР) измеряются в процентах: В = 100% – ХР.

С целью построения зависимости вязкой составляющей от температуры испытаний проводят фрактографическое исследование не менее 18 образцов. Испытание целесообразно вести в две стадии. Для определения переходного интервала испытывают по одному образцу на каждую температуру через 40 °С, затем для уточнения хода кривой в этом интервале остальные образцы испытывают в количестве двух-трех на точку на каждую температуру, обеспечивая тем самым внутри интервала ($>T_н$ и $<T_в$) не менее четырех температурных точек.

Измерения при макрофрактографическом методе. Изломы, получаемые при испытании образцов на ударный изгиб в критическом интервале хрупкости, разделяются на две группы: макронеоднородные, имеющие локализованные зоны хрупкого и вязкого разрушения, выявляемые при визуальном исследовании (рис. 173), и макрооднородные (рис. 174).

В случае определения B в макрооднородных изломах применяется микрофрактографический метод с использованием растровых и просвечивающих электронных микроскопов. При исследовании макронеоднородных изломов измеряют площадь $F_{хр}$ (оценка B) локализованных участков вязкого и хрупкого разрушения. Измерения можно проводить, во-первых, мерительным инструментом (например, штангенциркулем), во-вторых, визуальным сопоставлением вида исследуемого излома со шкалой изломов (рис. 175) или типичными фрактограммами с различным количеством вязкой составляющей (рис. 176); в-третьих, планиметрированием увеличенного изображения с помощью инструментального микроскопа.

Вязкая составляющая определяется по формуле

$$B = [(F_0 - F_{хр})/F_0]\cdot 100\% = (1 - F_{хр} / F_0)\cdot 100\%,$$

где F_0 – исходная площадь поперечного сечения образца под надрезом; $F_{хр}$ – площадь хрупкой составляющей.

В случае сложной формы зоны хрупкого разрушения производят планиметрирование площади соответствующего участка на увеличенном изображении. Для этой цели очень удобны полуавтоматические анализаторы изображений, снабженные «световым пером». При наличии нескольких зон хрупкого разрушения определяют площади отдельных хрупких участков и суммируют их по всему излому. Участки, занятые шиферностью или расслоениями, относят к вязкой составляющей.

Определив долю вязкой составляющей при каждой температуре испытания, по средним значениям этой составляющей строят кривую

температурной зависимости в координатах *В–Т* и на полученном графике находят температуру, при которой в изломе наблюдается заданное количество вязкой составляющей (рис. 177).

Измерения при микрофрактографическом методе. При разрушении закаленных и отпущенных сталей образуются макрооднородные изломы, определить долю вязкой составляющей в которых можно только микрофрактографическим методом. В этом случае визуально по цвету, степени шероховатости, наличию боковых скосов и утяжке можно оценить только целиком хрупкие или вязкие изломы.

Смешанные макрооднородные изломы, получаемые в интервале критических температур, следует просматривать на электронных микроскопах (РЭМ или ПЭМ), выделяя для исследования участок размерами примерно 3х3 мм^2, расположенный в центральной плоской части излома (вне зон макродеформации). Для измерений следует использовать минимальные увеличения, позволяющие достаточно четко различать участки вязкого разрушения с ямочным рельефом и хрупкого разрушения с фасетками скола и квазискола или межзеренными фасетками (рис. 178). Обычно это увеличение составляет 1000–3000 крат.

Долю хрупкой составляющей определяют или на микрофотографиях путем планиметрирования площадей участков с хрупким рельефом, или непосредственно на экране микроскопа, используя специальную сетку. В этом случае обсчет целесообразно проводить на полуавтоматическом анализаторе изображений, снабженном «световым пером», встроенным в электронный микроскоп. Количество хрупкой составляющей определяют в каждом поле и находят среднее арифметическое ее значение по всем полям, которое характеризует количество хрупкой составляющей только в плоской части излома без боковых скосов.

Определение КТХ по изломам технологических проб

Метод широко применяется при производстве листовых сталей, а также при изготовлении и термообработке разнотолщинных отливок.

Проба на излом в статических условиях испытания позволяет классифицировать стали по их чувствительности к температуре испытания с учетом масштабного фактора и правильно определять допустимый диапазон толщин при их применении в тех случаях, когда испытания ударных образцов не дают.

Достаточно полная оценка качества стали может быть получена при сочетании двух показателей: критической температуры хрупкости – $T_{к.б}$ (индекс «б» – обозначает «большой») и ударной вязкости, определенной на образцах, изготовленных из больших проб. Этот метод оценки КТХ применим к сталям, в изломах которых при понижении температуры образуется хорошо видимый невооруженным глазом кристаллический участок (см. рис. 176, *б*).

В практике изготовления листов и отливок наиболее удобно использовать в качестве критерия КТХ температуру $T_{к.б50}$, при которой в изломе пробы кристаллический участок занимает 50% площади излома (аналогично тому, как было описано выше для ударных образцов). Критическую температуру хрупкости по $T_{к.б}$, как правило, определяют на технологических пробах или на стандартных ударных образцах.

Обычно при каждой заданной температуре испытывают одну-две пробы. Если необходимо дальнейшее изучение изломов пробы, то их после испытаний так же, как это описано для ударных образцов, погружают в этиловый спирт во избежание окисления и высушивают при комнатной температуре. Площадь кристаллического участка в изломе находят измерением его ширины и длины так же, как и на изломах ударных образцов.

Для определения $T_{к.б}$ рекомендуется первую пробу (или две пробы) испытывать при температуре –40 ^{o}C, так как эта температура является наиболее показательной для конструкционных сталей. В зависимости от полученного строения излома назначают температуры испытания следующих проб. Площади волокнистых и кристаллических участков измеряют так же, как для ударных образцов.

Другие способы определения КТХ

Работоспособность материала на стадии развития трещины в основном характеризуется длиной зоны ее стабильного роста. Достижение трещиной критической длины соответствует реализации в вершине трещины напряженного состояния, при котором происходит смена механизма разрушения, поэтому обоснованным с позиции механики разрушения является выбор в качестве критерия сопротивления хрупкому разрушению трещины заданной длины. Критическая длина трещины l_c в интервале вязко-хрупкого перехода уменьшается от своего максимального значения при температуре $T_в$, выше которой излом полностью вязкий, практически до нуля при температуре $T_н$, ниже которой излом полностью хрупкий.

Оценка КТХ по длине стабильной трещины применима для неоднородных изломов с локализованными зонами разрушения для случаев, приведенных на рис. 178.

Оценку критической температуры хрупкости по длине стабильной трещины осуществляют следующим образом. С помощью штангенциркуля, компаратора или инструментального микроскопа измеряют максимальную протяженность зоны стабильного роста трещины в направлении ее распространения от надреза до границы перехода этой трещины к нестабильному хрупкому разрушению. Эта граница отделяет более вязкую область от хрупкой. Затем строят температурную зависимость $l_c - T$ (рис. 179). За критическую температуру рекомендуется принимать температуру, при которой критический размер трещины равен 1 мм. Допускается определение КТХ при l_c = 2 мм. КТХ обозначают тогда $T_х\, l_1$ и $T_х\, l_2$.

Оценка критической температуры хрупкости по виду излома возможна также на основе заданных значений некоторых деформационных характеристик испытанного на ударный изгиб образца. Такими характеристиками являются: относительное сужение Ψ, ширина боковых скосов λ и уширение Δb.

Относительное сужение ударного образца ψ определяют по формуле

$$\psi = [(b_0 - b_{min})/ b_0]\cdot 100\%,$$

для чего измеряют минимальную ширину образца b_{min}.

Уширение ударного образца (Δb) находят путем измерения ширины разрушенного ударного образца на стороне, противоположной надрезу:

$$\Delta b = b_{max} - b_0,$$

где b_0 и b_{max} – исходная и максимальная ширина образца.

Ширину боковых скосов λ измеряют штангенциркулем или на измерительном микроскопе, как показано на рис. 180.

Для получения дополнительной информации строят графики зависимости ψ, λ, Δb от температуры испытаний, определяя температуры, при которых эти параметры имеют заданную величину КТХ.

ГЛАВА 10. Методы контроля химического состава конструкционных материалов

10.01. Общие положения и методы отбора проб для определения химического состава

Отбор проб для определения химического состава чугуна, стали и сплавов

Метод устанавливает правила отбора и подготовки проб для определения химического состава чугуна, стали и сплавов (в соответствии с ГОСТ 7565–81).

1. Отбор и подготовка проб чугуна.

Для определения химического состава жидкого чугуна от каждого выпуска из печи при равномерной струе из желоба отбирают три пробы: в начале, в середине и в конце выпуска. Пробу отбирают ложкой или пробницей погружением в жидкий металл или под струей металла.

Масса пробы для химического анализа должна быть 0,1 – 1 кг, для спектрального анализа – не менее 0,05 кг. Приведены конструкции и размеры стаканчиков – изложниц для химического и спектрального анализов.

Порядок отбора необходимого количества проб включает в себя следующие операции: определение качества их поверхности после извлечения из формы, очистку проб, отбор стружки из проб, определение способов хранения проб для химического анализа.

2. Отбор и подготовка ковшевых проб стали и сплавов.

В ГОСТ 7565–81 приведено необходимое количество проб для сталей и сплавов, полученных разными методами:

открытой выплавки;

на автоматических формовочных линиях со стационарной разливкой металла из ковшей;

электрошлакового переплава;

вакуумно-дугового переплава;

электронно-лучевого переплава;

вакуумно-индукционной выплавки.

Для определения химического состава сталей и сплавов по элементам, содержание которых изменяется при переплаве и регламентируется нормативно-технической документацией на конкретную продукцию, пробы отбирают от слитков передельного металла или от готового проката. Допускается для определения химического состава стали и сплавов, выплавленных в вакуумных индукционных печах, отбирать пробу металла из тигля печи перед началом разливки.

Описаны порядок оценки качества поверхности и очистки проб, правила хранения проб.

3. Отбор и подготовка проб для определения химического состава проката.

Химический состав плавки стали и сплавов при необходимости определяют по пробам от слитков, непрерывно-литых заготовок, кованого металла или проката. В ГОСТ 7565–81 описан порядок отбора проб в этом случае, указано необходимое их количество для сталей и сплавов:

вакуумно-индукционной плавки (пробы отбирают от слитков, передельных заготовок, единиц готового проката);

вакуумно-дугового и электрошлакового переплавов (пробы отбирают от слитков, передельных заготовок или единиц готового проката, полученных из металла одной исходной плавки переплавом по одному и тому же режиму);

для слитков, катаной и кованой заготовки, поковок, сортового, фасонного, полосового проката, бесшовных труб;

для проката малых сечений;

для крупных фасонных профилей;

для толстолистовой, широкополосной стали, бесшовных и сварных труб с толщиной стенки более 4 мм.

Описан порядок отбора стружки в приведенных выше случаях. Представлены схемы отбора проб для спектрального (рис. 181) и химического (рис. 182, 183) анализов.

Отбор проб для определения химического состава сварных швов или наплавленного металла

ГОСТ 7122–81 устанавливает методы отбора проб для определения среднего, послойного и поваликового химического состава сварных швов или наплавленного металла, полученных сваркой плавлением однослойных и многослойных металлических материалов и сплавов однородными и разнородными сварочными материалами.

Стандарт не распространяется на сварные швы, выполненные без применения присадочного металла диффузионной, контактной сваркой, сваркой трением и т.п.

Подробно описан метод отбора проб из сварных швов изделий или специально сваренных образцов, из наплавленного металла изделий или из металла, специально наплавленного на образцы.

Описаны место отбора проб, качество поверхности проб, правила отбора стружки и качество стружки, качество инструмента для отбора стружки при проведении химического анализа.

Масса пробы для химического анализа должна соответствовать требованиям ГОСТов 12344–88, 12346–78, 12347–77, 12348–78, 12350–78, 12353–78, 12355–78, 11739.1–90 – 11739.24–82.

Для спектрального анализа масса пробы должна соответствовать данным, приведенным в таблице ГОСТ 7122–81 в соответствии с исследуемыми материалами и типом оборудования.

Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа цветных металлов и сплавов

ГОСТ 24231–80 устанавливает общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа (за исключением газового анализа) цветных металлов и сплавов.

Стандарт не распространяется на редкие и благородные металлы и их сплавы, металлы высокой чистоты.

Термины и определения должны соответствовать ГОСТ 15895–77.

Отбор проб проводят от заготовок и полуфабрикатов из цветных металлов и сплавов.

Отбор проб из жидкого металла производиться на предприятии-изготовителе от жидкого металла или сплава путем отливки пробных слитков.

Для отбора проб используют приспособления, устойчивые к воздействию жидкого металла или сплава и не оказывающие влияния на химический состав слитка.

Отбор точечных проб осуществляют от каждой отобранной заготовки или полуфабриката. Способ отбора точечных проб указан в таблице ГОСТ 24231–80, где приведены сведения о виде заготовок и полуфабрикатов, способах отбора проб (сверление, фрезерование, распиловка, обточка и т.д.), и соответствующий виду заготовок или полуфабрикатов внешний вид пробы (стружка, мелкие куски, опилки и т.д.).

Для отбора точечных проб должно применяться оборудование, исключающее загрязнение пробы, ее перегрев и окисление.

Объединенная проба должна быть тщательно перемешана, и в случае необходимости измельчена.

Места отбора точечных проб от катодов, чушек, вертикально отлитых чушек, листов, полос, лент, фольги, прутков, проволоки, поковок, штамповок, профилей, труб, а также правила отбора проб из порошковых, гранулированных и кусковых металлов определены в ГОСТ 24231–80.

В зависимости от массы объединенной пробы для подготовки пробы к химическому анализу отбирают квартованием часть объединенной пробы или всю объединенную пробу.

Приготовленная для анализа проба должна быть очищена от возможных примесей железа магнитом пробу делят на две равные части: одна предназначается для химического анализа, другая сохраняется на случай разногласий в оценке качества партии.

10.2. Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Определяют углерод и графит, серу, фосфор, кремни, марганец, мышьяк, хром, медь, никель, алюминий, титан, ванадий, цирконий, кальций

Общие требования к методам анализа

ГОСТ 22536.0–87 распространяется на углеродистую сталь и нелегированный чугун и устанавливает общие требования для всех методов анализа указанных материалов, кроме специально оговоренных методов.

Отбор и подготовка проб должны соответствовать ГОСТ 7565–81 и нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

Применяемые реактивы и растворы, лабораторная измерительная посуда, весы лабораторные должны удовлетворять требованиям соответствующих ГОСТов.

При проведении анализа физико-химическими методами применяют фотоэлектроколориметры, спектрофотометры, атомно-абсорбционные спектрофотометры, полярографы и другие приборы. Нестандартизованные средства измерения должны быть аттестованы по ГОСТ 8.326–78.

При проведении анализа спектральными методами с фотографической регистрацией спектра применяют спектрографы, дуговые, искровые источники возбуждения спектра, микрофотометры и другую аппаратуру, обеспечивающую точность результатов анализа, предусмотренную стандартом на методы анализа. Нестандартизованные средства измерения должны быть аттестованы по ГОСТ 8. 326–78.

Определение общего углерода и графита

Методы устанавливают правила определения содержания общего углерода и графита в углеродистой стали и нелегированном чугуне при массовой доле углерода и графита от 0,01 до 5% (в соответствии с ГОСТ 22536.1–88).

Описаны следующие методы:

газообъемный определения углерода;

кулонометрический определения углерода;

инфракрасной спектроскопии определения углерода;

метод определения графита.

Газообъемный метод определения углерода

Суть: метод основан на сжигании навески стали или чугуна в токе кислорода при 1250–1350 °С с последующим поглощением образующегося диоксида углерода раствором гидроксида калия (натрия).

Массовую долю углерода в процентах определяют по разности первоначального объема газа и объема газа, полученного после поглощения диоксида углерода раствором гидроксида калия (натрия).

Определение углерода может проводиться с применением эвдиометра.

Аппаратура: установка для газообъемного определения углерода, схема и описание которой приведены на рис.184.

Обработка результатов. Массовую долю углерода в процентах вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 22536.1–88.

Кулонометрический метод определения углерода

Суть: метод основан на сжигании навески пробы в токе кислорода при температуре 1250–1350 °С, поглощении образовавшегося диоксида углерода

поглотительным раствором с определенным начальным значением pH и последующем измерении на установке для кулонометрического титрования необходимого для восстановления исходного значения pH количества электричества, которое пропорционально массовой доле углерода в навеске пробы.

Аппаратура: кулонометрическая установка типа АН 7529, АН 7560 или любого другого, обеспечивающая необходимую точность результатов анализа.; горизонтальная трубчатая печь любого типа, обеспечивающая нагрев до температуры 1350 °С.

Обработка результатов. Массовую долю углерода в процентах определяют по цифровому табло анализатора.

В гост 22536.1–88 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа обоими методами.

Метод инфракрасной спектроскопии определения углерода

Суть: метод основан на сжигании навески пробы в токе кислорода при температуре 1350–1700 °С и определении количества образовавшегося диоксида углерода путем измерения поглощенной инфракрасной радиации.

Аппаратура: автоматический анализатор, основанный на абсорбции инфракрасной радиации, любого типа.

Обработка результатов. Массовую долю углерода в процентах определяют по цифровому табло анализатора.

Определение графита

Суть: метод основан на свойстве графита не растворяться при растворении пробы чугуна или стали в разбавленной азотной кислоте. Осадок отфильтровывают, высушивают, сжигают в токе кислорода и определяют массовую долю графита газообъемным или кулонометрическим методом, или методом инфракрасной спектроскопии.

Аппаратура: установка для газообъемного определения углерода (рис. 1 в ГОСТ 22536.1).

В ГОСТ 22536.1–88 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю графита в процентах при определении ее газообъемным или кулонометрическим методами вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 22536.1–88.

Определение серы

Методы устанавливают правила определения содержания серы в углеродистой стали и нелегированном чугуне при массовой доле серы от 0,002 до 0,30% (в соответствии с ГОСТ 22536.2–87).

Описаны следующие методы:

титриметрический;

кулонометрический;

инфракрасной спектроскопии.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на сжигании навески пробы в токе кислорода при температуре 1250–1350 °С, поглощении диоксида серы водой и титровании образующейся сернистой кислоты раствором смеси йодноватокислого и йодистого калия или раствором йода в присутствии индикатора крахмала.

Аппаратура: установка для титриметрического определения серы, схема и описание которой показаны на рис.185.

Кулонометрический метод

Суть: метод основан на сжигании навески пробы в токе кислорода при температуре 1250–1350 °С, поглощении образовавшегося диоксида серы поглотительным раствором с определенным начальным значением pH и последующем измерении на установке для кулонометрического титрования необходимого для восстановления исходного значения pH количества электричества, которое пропорционально содержанию серы в навеске пробы.

Аппаратура: кулонометрическая установка любого типа; печь трубчатая горизонтальная с селитовыми нагревателями, обеспечивающими температуру нагрева 1250–1350 °С.

В ГОСТ 22536.2–87 приведены для обоих методов необходимые составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа обоими методами.

Обработка результатов. Массовую долю серы в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 22536.2–87 формулам.

Метод инфракрасной спектроскопии

Суть: метод основан на сжигании навески пробы в токе кислорода при температуре 1350–1700 °С и определении количества образовавшегося диоксида серы путем измерения поглощенной им инфракрасной радиации.

Аппаратура: автоматический анализатор, основанный на абсорбции инфракрасной радиации, любого типа.

Анализ проводят в зависимости от типа анализатора.

Обработка результатов. Массовую долю серы в процентах определяют по цифровому указателю анализатора за вычетом результата контрольного опыта.

Определение фосфора

Методы устанавливают правила определения содержания фосфора в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.3–88).

Описаны следующие методы при массовой доле фосфора:

фотометрический 0,005 – 0,25%;

титриметрический 0,02 – 2,5%;

гравиметрический 0,01 – 2,0%.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на реакции образования желтой фосфорномодибденовой гетерополикислоты, восстановлении ее до синего комплексного соединения ионами двухвалентного железа в присутствии гидроксиламина, тиомочевиной в присутствии сернокислой меди или аскорбиновой кислотой в присутствии антимонилтартрата калия и последующем измерении светопоглощения растворов при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на осаждении окисленного до пятивалентного состояния фосфора в виде фосфорномолибденового комплекса желтого цвета, растворении осадка в растворе гидроксида натрия и титровании избытка гидроксида натрия азотной кислотой.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси азотной и соляной кислот, выделении фосфора в виде фосфорномолибденовокислого аммония, растворении осадка в аммиаке, выделении молибденовокислого свинца, взвешивании прокаленного осадка и пересчете на массовую долю фосфора.

В ГОСТ 22536.3–88 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю фосфора в процентах для всех методов вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТе 22536.3–88.

Определение кремния

Методы устанавливают правила определения содержания кремния в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.4–88).

Описаны следующие методы при массовой доле кремния:

гравиметрический (от 0,1 до 4,0% Si);

фотометрический (от 0,005 до 1,0% Si).

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на выделении кремния в виде полимеризованной кремниевой кислоты из кислого раствора, ее дегидратации и взвешивании полученного диоксида кремния.

Фотометрический метод (от 0,01 до 0,05% Si)

Суть: метод основан на образовании кремнемолибденового комплекса в слабокислой среде, восстановлении его аскорбиновой кислотой или тиомочевиной в присутствии сернокислой меди до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании кремнемолибденового комплекса и восстановлении его до молибденовой сини железом (II), образовавшимся при растворении навески пробы в слабокислой среде, и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны.

Для всех методов в ГОСТ 22536.4–88 приведены составы растворов и реактивов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю кремния в процентах для всех методов вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 22536.4–88.

Определение марганца

Методы устанавливают правила определения содержания марганца в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.5–87).

Описаны следующие методы:

титриметрический (при массовой доле марганца 0,3 – 3,0%);

потенциометрический (» » 0,5 – 3,0%);

фотометрический (» » 0,05 – 2,0%);

атомно-абсорбционный (» » 0,1 – 3,0%).

Титриметрический метод

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца в сернокислом растворе до семивалентного надсернокислым аммонием в присутствии азотнокислого серебра. Полученную марганцевую кислоту оттитровывают раствором арсенит-нитрита натрия или раствором серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия).

Потенциометрический метод

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца марганцевокислым калием до трехвалентного в нейтральном или слабощелочном растворе в присутствии пирофосфорнокислого натрия и потенциометрическом отделении конца титрования.

Аппаратура: установка для потенциометрического титрования.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на окислении ионов двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием в сернокислой или азотнокислой среде и измерении оптичекой плотности окрашенного раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами марганца, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух – ацетилен.

Аппаратура: атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр .

Для всех методов в ГОСТ 22536.5–87 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю марганца в процентах вычисляют для всех указанных методов по приведенным в ГОСТ 22536.5–87 формулам.

Определение мышьяка

Методы устанавливают правила определения содержания мышьяка в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.6–88).

Описаны следующие методы при массовой доле мышьяка:

фотометрический (от 0,01 до 0,20% As);

потенциометрический (от 0,02 до 0,20% As).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании синего мышьяковомолибденового комплекса в результате взаимодействия мышьяка (V) с молибденовокислым аммонием в присутствии восстановителя – сернокислого гидразина. Мышьяк предварительно отделяют от сопутствующих элементов отгонкой.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр; аппарат для дистилляции мышьяка по ГОСТ 14204–69 или другой конструкции.

Потенциометрический метод определения мышьяка

Суть: метод основан на потенциометрическом титровании мышьяка (III) раствором бромноватокислого калия до получения скачка потенциала. Мышьяк предварительно отделяют от сопутствующих элементов отгонкой в виде треххлористого мышьяка из солянокислого раствора в присутствии бромистого калия и сернокислого гидразина.

Аппаратура: аппарат для дистилляции мышьяка ГОСТ 14204–69 или другой конструкции; установка для потенциометрического титрования.

Для обоих методов в ГОСТ 22536.6–88 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов.

Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю мышьяка в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 22536.6–88 формулам.

Определения хрома

Методы устанавливают правила определения содержания хрома в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.7–88).

Описаны следующие методы при массовой доле хрома:

фотометрический (от 0,01 до 0,50% Cr);

титриметрический (от 0,10 до 0,50% Cr);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 0,50% Cr).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на окислении дифенилкарбазида хромом (VI) в сернокислой среде до окрашенного в красно-фиолетовый цвет соединения и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на окислении хрома (III) надсернокислым аммонием до хрома (VI) в сернокислой среде в присутствии азотнокислого серебра. Хромовую кислоту восстанавливают раствором соли железа (II) и устанавливают конечную точку титрования потенциометрически или визуально. В последнем случае избыток железа (II) оттитровывают раствором марганцовокислого калия.

Аппаратура: установка для потенциометрического титрования.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами хрома, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух – ацетилен или закись азота – ацетилен.

Аппаратура: атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

В ГОСТ 22537.7–78 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю хрома в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТ 22536.7–88 формулам.

Определение меди

Методы устанавливают правила определения содержания меди в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.8–87).

Описаны следующие методы при массовой доли меди:

экстракционно-фотометрический (0,01 – 0,10% Cu);

фотометрические (0,10 – 0,50% Cu);

атомно-абсорбционный (0,01 – 0,50% Cu),

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании в аммиачном растворе окрашенного в желтый цвет комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия, экстрагировании его хлороформом или

четыреххлористым углеродом и измерении светопоглощения полученного экстракта при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в аммиачной среде и измерении светопоглощения полученного комплекса при заданной длине волны.

Фотометрический метод определения меди в виде аммиачного комплекса

Суть: метод основан на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения меди с аммиаком при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами меди, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух – ацетилен.

В ГОСТ 22536.8–87 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю меди в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТе 22536.8–87 формулам.

Определение никеля

Методы устанавливают правила определения содержания никеля в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.9–88).

Описаны следующие методы при массовой доле никеля:

фотометрические (от 0,01 до 0,5% Ni);

гравиметрический (от 0,1 до 0,5% Ni);

атомно-абсорбционный (от 0,02 до 0,5% Ni).

Фотометрический метод определения никеля в сталях и чугунах с массовой долей марганца до 2%.

Суть: метод основан на образовании окрашенного в красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в аммиачной среде в присутствии бромистого и бромноватокислого калия и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрометр или фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод определения никеля в сталях и чугунах с массовой долей марганца до 1%

Суть: метод основан на образовании окрашенного в коричнево-красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в

щелочной среде в присутствии надсернокислого аммония и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны. Мешающее влияние железа устраняют переводом железа в винно-кислый комплекс.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на осаждении никеля диметилглиоксимом в аммиачной среде в присутствии винной кислоты для связывания железа и взвешивании полученного осадка в виде закиси никеля или диметилглиоксимата никеля.

Аппаратура: электропечь типа СНОЛ, обеспечивающая регулировку температуры с точностью ±10 °С; электрошкаф сушильный лабораторный типа СНОЛ.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами никеля, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух – ацетилен.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Для всех методов в ГОСТ 22536.9–88 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки анализов и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю никеля в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТе 22536.9–88 формулам.

Определение алюминия

Методы устанавливают правила определения содержания алюминия в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.10–88).

Описаны следующие методы при массовой доле алюминия:

фотометрические (от 0,005 до 0,12% Al);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 0,12% Al).

Фотометрический метод определения общего алюминия

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения алюминия с алюминоном или с хромазуролом в присутствии поливинилового спирта.

Аппаратура: спектрометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Фотометрический метод определения кислоторастворимого алюминия

Суть: метод основан на разложении навески стали в разбавленной серной кислоте при слабом нагревании для наиболее полного разделения кислоторастворимого алюминия и алюминия, входящего в состав включений, растворимость которых зависит от концентрации кислоты и температуры растворения.

Кислоторастворимый алюминий определяют фотометрическим методом с алюминоном или с хромазуролом С.

Аппаратура: такая же как в предыдущем методе.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении при заданной длине волны степени поглощения резонансного излучения свободными атомами алюминия, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени закись азота – ацетилен.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенным атомизатором.

Для всех методов в ГОСТ 22536.10–88 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю алюминия в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТ 22536.10–88 формулам.

Определение титана

Методы устанавливают правила определения содержания титана в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.11–87).

Описаны следующие методы при массовой доле титана:

фотометрический (от 0,005 до 0,10% Ti);

экстракционно-фотометрический (от 0,005 до 0,20% Ti).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном в кислой среде и измерении светопоглощения полученного комплекса при заданной длине волны. Влияние железа (III) и ванадия (V) устраняют прибавлением аскорбиновой кислоты.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном и хлористым оловом, экстрагировании его хлороформом и измерении светопоглощения полученного экстракта при заданной длине волны.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Для обоих методов в ГОСТ 22536.11–87 составы приведены реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю титана в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТе 22536.11–87 формулам.

Определение ванадия

Методы устанавливают правила определения содержания ванадия в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.12–88).

Описаны следующие методы при массовой доле ванадия:

фотометрический (от 0,05 до 0,25% V);

титрометрический (от 0,02 до 0,25% V);

кулонометрический (от 0,005 до 0,25% V);

экстракционно-фотометрический (от 0,02 до 0,25% V).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании окрашенной в желтый цвет ванадиевофосфорновольфрамовой гетерополикислоты в кислой среде при взаимодействия ванадия (V) с фосфорной кислотой и вольфраматом натрия и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны. Мешающее влияние железа устраняют прибавлением ортофосфорной кислоты.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на окислении ванадия (IV) марганцtвокислым калием в сернокислой среде и титровании ванадия (V) раствором соли аммоний-железа (II) сернокислого. Конечную точку титрования определяют амперометрически, потенциометрически или визуально.

Аппаратура: установка для потенциометрического или амперометрического титрования ванадия.

Кулонометрический метод

Суть: метод основан на взаимодействии ванадия (V) с электрохимически генерированными ионами железа (II). Конечную точку титрования устанавливают биамперометрически с двумя поляризованными платиновыми электродами.

Аппаратура: потенциостат П-5827, П-5848 или любой другой, работающий в режиме заданного тока; установка для амперометрического титрования с двумя поляризованными индикаторными электродами.

Экстракционно-фотометрический метод определения ванадия с БФГА

Суть: метод основан на образовании окрашенного в фиолетовый цвет комплексного соединения ванадия (V) с фенилбензогидроксановой кислотой в растворе соляной кислоты, экстрагировании его хлороформом и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Для всех методов в ГОСТ 22536.12–88 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю ванадия в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТ 22536.12–88 фомулам.

Определение циркония

Метод устанавливает правила определения содержания циркония в углеродистой стали и нелегированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 22536.14–88).

Описан фотометрический метод определения циркония (при массовой доле циркония от 0,005 до 0,10%).

Фотометрический метод определения циркония с арсеназо III.

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения циркония с арсеназо III и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 22536.14–88 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю циркония в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ22536.14–88 формулам.

Атомно-абсорбционный метод определения кальция в стали и чугуне

Атомно-абсорбционный метод устанавливает правила определения содержания кальция в стали и чугуне при массовых долях от 0,001 до 0,20% (в соответствии с ГОСТ Р 50424–92) .

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси хлористоводородной, азотной, фтористоводородной и хлорной кислот; добавлении растворов хлористого калия и нитрата лантана в качестве спектрохимического буфера, распылении испытуемого раствора в пламя динитрооксидацетилена, спектрометрическом измерении поглощения излучения при заданной длине волны.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 28473–90.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр.

Погрешность измерения содержания кальция в зависимости от его количества приведена в табл.1 ГОСТа Р 51927–2002.

В ГОСТ 50424–92 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю кальция в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ Р 50424–92 формуле.

Допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности Р = 0,95 указаны в табл. 3 того же ГОСТа.

Спектральный анализ стали и чугуна

Метод устанавливает правила определения в стали и чугуне массовой доли элементов, % (в соответствии с ГОСТ 27809-88):

кремния – от 0,002 до 5,0
марганца – от 0,01 до 2,0
хрома – от 0,01 до 5,0
никеля – от 0,01 до 5,0
алюминия – от 0,002 до 2,0
титана – от 0,001 до 1,0
меди – от 0,01 до 2,0
модибдена – от 0,01 до 1,0
вольфрама – от 0,02 до 2,0
ванадия – от 0,01 до 1,0
магния – от 0,005 до 0,10
бора – от 0,001 до 0,02
церия – от 0,01 до 0,10
ниобия – от 0,01 до 0,10
циркония – от 0,005 до 0,10

Суть: метод основан на возбуждении атомов элементов стали или чугуна электрическим разрядом дуги переменного тока при атмосферном или пониженном давлении воздуха, разрядом высоковольтной искры при атмосферном давлении воздуха, разложении излучения в спектр, регистрации спектра на фотопластинке, измерении плотности почернения спектральных аналитических линий контролируемых элементов и линий сравнения железа, вычислении разности плотностей почернения этих линий и последующем определении массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

Отбор и подготовка проб должны соответствовать ГОСТ 7565–81.

В ГОСТ 27809–88 описаны требования к подготовке поверхности пробы для анализа и перечислены недопустимые дефекты.

Аппаратура: кварцевый спектрограф средней дисперсии типа ИСП-30 или высокой дисперсии типа ДФС-13, ПГС-2; кварцевый ступенчатый ослабитель; генератор дуги переменного тока тип ДГ-2, ИВС-28, УГЭ-4; Генератор высоковольтной искры тип ИГ-3, ИВС-23, УГЭ-4.

Допускается применение другой аппаратуры, обеспечивающей точность анализа, предусмотренной настоящим стандартом.

В ГОСТ 27809– 8 приведены составы реактивов и материалы с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Для каждой спектрограммы пробы по каждому элементу с помощью градуировочного графика определяют значение массовой доли элемента.

Фотоэлектрический спектральный анализ

Метод устанавливает правила определения массовой доли элементов в стали (в соответствии с ГОСТ 18895–97).

Определяют массовую долю следующих элементов, %:

углерода – от 0,010 до 2,0;
серы – от 0,002 до 0,20;
фосфора – от 0,002 до 0,20;
кремния – от 0,010 до 2,5;
марганеца – от 0,050 до 5,0;
хрома – от 0,010 до 10,0;
никеля – от 0,010 до 10,0;
кобальта – от 0,010 до 5,0;
меди – от 0,010 до 2,0;
алюминия – от 0,005 до 2,0;
мышьяка – от 0,005 до 0,20;
молибдена – от 0,010 до 5,0;
вольфрама – от 0,020 до 5,0;
ванадия – от 0,005 до 5,0;
титана – от 0,005 до 2,0;
ниобия – от 0,010 до 2,0;
бора – от 0,001 до 0,10;
циркония – от 0,005 до 0,50.

Суть: метод основан на возбуждении атомов элементов стали электрическим разрядом, разложении излучения в спектр, измерении аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности или логарифму интенсивности спектральных линий, и последующем определении массовых долей элементов с помощью градуировочных характеристик.

Аппаратура: фотоэлектрические вакуумные и воздушные установки индивидуальной градуировки.

В ГОСТ 18895–97 подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Каждую установку экпериментально градуируют с помощью стандартных образцов (СО). По значениям аналитического сигнала определяют массовую долю элементов.

Определение кальция в стали и чугуне

Атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой спектральный метод устанавливает правила определения содержания кальция в углеродистых, легированных и высоколегированных сталях и чугунах в диапазоне массовой доли кальция от 0,001 до 0,10% (в соответствии с ГОСТ Р 51927–2002).

Суть: метод основан на измерении интенсивности эмиссии атомов кальция при введении раствора пробы в источник возбуждения.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 28473–90.

Погрешность измерения содержания кальция указана в ГОСТ Р 51927–2002.

Аппаратура: спектрометрическая установка, состоящая из спектрометра (многоканального или сканирующего последовательного), высокочастотного генератора, измерительной электронной системы и компьютера.

В ГОСТ Р 51927–2002 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов, описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю кальция в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТе Р 51927–2002 формуле.

10.3. Чугун легированный. Определяют углерод, серу, кремний, фосфор, марганец, хром, ванадий, никель, медь, титан, мышьяк, магний, кобальт

Определение углерода

Методы устанавливают правила определения содержания углерода в легированных чугунах (в соответствии с ГОСТ 2604.1–77).

Распространяются на легированные чугуны с содержанием углерода от 2,5 до 4,5%.

Описаны следующие методы:

газообъемный и кулонометрический (при содержании углерода от 2,5 до 4,5%);

газообъемный метод определения содержания несвязанного углерода (при содержании углерода от 0,10 до 3,0%).

Общие требования к методам анализа легированного чугуна должны соответствовать ГОСТ 2604.0–77.

Газообъемный метод определения содержания общего углерода

Суть: метод основан на сжигании навески чугуна в токе кислорода при 1300 – 1350 °С с последующим поглощением образовавшегося углекислого газа раствором едкого кали. Содержание углерода определяетя по разности между первоначальным объемом газов и объемом газов, полученным после поглощения углекислого газа раствором едкого кали.

Аппаратура: установка для определения содержания углерода, схема которой приведена на рис. 184.

Кулонометрический метод определения содержания общего углерода

Суть: метод основан на сжигании навески чугуна в трубчатой электропечи в токе кислорода при 1300 – 1350 °С. Образующийся углекислый газ поглощается поглотительным раствором, вызывая повышение кислотности, что в свою очередь приводит к изменению

ЭДС индикаторной системы pH-метра. Количество электричества, необходимое для достижения первоначального значения pH, фиксируется специальным кулонометром – индикатором тока, показывающим непосредственно количество углерода в процентах.

Аппаратура: экспресс-анализатор типа АН-29.

Газообъемный метод определения содержания несвязанного углерода

Суть: метод основан на том, что несвязанный углерод в виде графита не растворяется в разбавленной азотной кислоте и остается в виде осадка, который отфильтровывают, просушивают и сжигают в токе кислорода.

Аппаратура: установка для определения содержания углерода, приведенная на рис. 184 со следующим дополнением: трубка для сжигания в месте разогрева до температуры 1000 – 1200 °С должна быть снабжена медной сеткой, служащей катализатором, обеспечивающим полное окисление несвязанного углерода до углекислого газа.

В ГОСТ 2604.1–77 для всех методов приведены составы реактивов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание углерода в процентах для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТе 2604.1–77 формулам.

Определение серы

Метод устанавливает правила определения содержания серы в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.2–86).

Распространяется на легированные чугуны с содержанием серы от 0,01 до 0,07% .

Описан объемный йодид-йодатный метод.

Суть: метод основан на сжигании навески в токе кислорода при 1300 – 1350 °С с поглощением образующегося диоксида серы водой и титрование сернистой кислоты раствором иодид-иодата калия в присутствии индикатора крахмала.

Аппаратура: установка для определения содержания серы, схема и описание которой приведены на рис. 185.

В ГОСТ 2604.2–86 приведены составы реактивов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание серы в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТе 2604.2–77 формуле.

Определение кремния

Метод устанавливает правила определения содержания кремния в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.3–83).

Распространяется на легированный чугун при содержании кремния от 0,2 до 6,0% .

Суть: Метод основан на выделении кремния в процессе конденсационной полимеризации в виде кремневой кислоты, ее дальнейшей деградации высушиванием и прокаливанием и взвешивании полученного безводного полимерного диоксида кремния.

Аппаратура: электропечь муфельная с температурой нагрева 1000-1100 °С.

В ГОСТ 2604.3–83 приведены составы реактивов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание кремния в процентах вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТе 2604.3–88.

Определение фосфора

Метод устанавливает правила определения содержания фосфора в легированном чугуне при содержании фосфора от 0,02 до 2,0% (в соответствии с ГОСТ 2604.4–87).

Описан фотометрический метод.

Суть: метод основан на реакциях образования фосфорномолибденовой гетерополикислоты и восстановления ее ионами двухвалентного железа в присутствии гидроксиламина до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 2604.4–87 приведен состав реактивов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описан порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов: содержание фосфора в процентах находят по построенному градуировочному графику.

Определение марганца

Методы устанавливают правила определения содержания марганца в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.5–84).

Изложены следующие методы:

объемный персульфатно-серебряный (при содержании марганца от 0,2 до 2%);

потенциометрический некомпенсационный (при содержании марганца от 2,0 до 20%).

Объемный персульфатно-серебряный метод

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца в сернокислом растворе до семивалентного надсернокислым аммонием в присутствии азотнокислого серебра. Полученную марганцевую кислоту оттитровывают раствором мышьяковистокислого натрия, содержащим азотнокислый натрий. Хром отделяют от марганца оксидом цинка.

Потенциометрический некомпенсационный метод

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца марганцовокислым калием до трехвалентного в нейтральном или слабощелочном растворе в присутствии пирофосфорнокислого натрия. Эквивалентную точку фиксируют потенциометрически.

Аппаратура: потенциометрическая установка.

В ГОСТ 2604.5–84 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Содержание марганца в процентах для обоих методов вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 2604.5–77.

Определение хрома

Методы устанавливают правила определения содержания хрома в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.6–77).

Описаны следующие методы при массовой доле хрома:

фотометрический (от 0,1 до 0,5% Cr);

объемный персульфатно-серебряный (от 0,1 до 3,0 % Cr).

Фотометрический метод определения содержания хрома с дифенилкарбазидом (от 0,1 до 0,5%)

Суть: метод основан на окислении дифенилкарбазида шестивалентным хромом в сернокислой среде и измерении интенсивности красно-фиолетовой окраски получающегося соединения при заданной длине волны. Железо, никель, марганец и другие элементы, мешающие определению, отделяют осаждением углекислым натрием.

Аппаратура: фотоколориметр или спектрофотометр.

Объемный персульфатно-серебряный метод определения содержания хрома (от 0,1 до 3,0 %)

Суть: метод основан на окислении трехвалентного хрома надсернокислым аммонием до шестивалентного в сернокислой среде в присутствии азотнокислого серебра. Хромовую кислоту восстанавливают раствором соли двухвалентного железа, избыток которого оттитровывают раствором марганцевокислого калия.

В ГОСТ 2604.6–77 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Содержание хрома в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 2604.6–77 формулам.

Определение ванадия

Методы устанавливают правила определения содержания ванадия в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.7–84).

Описан потенциометрический и амперометрическй (при содержании ванадия от 0,1 до 0,8 %) методы.

Потенциометрический метод определения содержания ванадия при содержании хрома до 3 %

Суть: метод основан на окислении четырехвалентного ванадия марганцовокислым калием до пятивалентного с последующим титрованием пятивалентного ванадия раствором сернокислого закисного железа.

Аппаратура: потенциометрическая установка, схема которой приведена на рис. 189 в соответствии с ГОСТ 2604.5–77.

Амперометрический метод определения содержания ванадия

Суть: метод основан на окислении в сернокислой среде четырехвалентного ванадия до пятивалентной формы марганцевокислым калием. Избыток последнего восстанавливают нитритом натрия. Ванадий титруют раствором сернокислого закисного железа.

Аппаратура: амперометрическая установка типа АУ-4М.

В ГОСТ 2604.7–84 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание ванадия в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 2604.7–77 формулам.

Определение никеля

Методы устанавливают правила определения содержания никеля в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.8–77).

Описаны следующие методы при массовой доли никеля:

фотометрический (от 0,1 до 0,5% Ni);

весовой (от 0,1 до 1,5% Ni).

Фотометрический метод определения содержания никеля с диметилглиоксимом

Суть: метод основан на образовании окрашенного в коричнево-красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя – надсернокислого аммония. Мешающее влияние железа, хрома, меди и других элементов устраняют прибавлением калия-натрия винно-кислого. При содержании меди свыше 2% определение следует вести весовым методом.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Весовой метод определения содержания никеля осаждением диметилглиоксимом

Суть: метод основан на осаждении никеля диметилглиоксимом в слабоаммиачном растворе. Мешающее влияние железа, хрома, марганца и других элементов устраняют прибавлением винной кислоты.

D UJCN 2604/8–77 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описан порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание никеля в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 2604.8–77 формулам.

Определение меди

Метод устанавливает правила определения содержания меди в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.9–83).

Распространяется на легированный чугун с содержанием меди от 0,3 до 4,0% .

Суть: метод основан на электролитическом выделении меди из слабокислых растворов. Медь предварительно отделяют от железа, хрома и других элементов осаждением серноватистокислым натрием.

Аппаратура: электролизная установка, снабженная реостатом, вольтметром, амперметром и электромешалкой.

В ГОСТ 2604.9–83 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа.

Обработка результатов. Содержание меди в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 2604.9–83 формуле.

Определение титана

Фотометрический метод устанавливает правила определения содержания титана в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.10–77)

Распространяется на легированный чугун с содержанием титана от 0,1 до 1,2% .

Суть: метод основан на образовании окрашенного в желто-оранжевый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном в кислой среде. Влияние трехвалентного железа и пятивалентного ванадия устраняют прибавлением аскорбиновой кислоты.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 2604.10–77 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения.

Обработка результатов. Содержание титана в процентах находят по построенному градуировочному графику.

Определение мышьяка

Фотометрический метод устанавливает правила определения содержания мышьяка в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.11–85).

Распространяется на легированный чугун с содержанием мышьяка от 0,01 до 0,25% .

Суть: метод основан на образовании мышьяковомолибденовой гетерополикислоты и восстановлении ее сернокислым гидразином до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Мышьяк предварительно отделяют от мешающих элементов отгонкой в виде треххлористого мышьяка.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр; прибор для определения содержания мышьяка в сталях и чугунах по ГОСТ 14204–69.

Приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Содержание мышьяка в процентах находят по построенному градуировочному графику.

Определение магния

Фотометрический метод устанавливает правила определения содержания магния в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.12–77)

Распространяется на легированный чугун с содержанием магния от 0,01 до 0,06%.

Суть: метод основан на образовании окрашенного в сине-фиолетовый цвет комплексного соединения магния с магнезоном ХС в аммиачно-щелочной среде. Для отделения мешающих компонентов применяют экстракционный метод.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 2604.12–77 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание магния в процентах находят по построенному градуировочному графику.

Определение кобальта

Методы устанавливают правила определения кобальта в легированном чугуне (в соответствии с ГОСТ 2604.14–82).

Описан фотометрический метод при массовой доле кобальта от 0,02 до 0,5% и от 0,5 до 3%.

Фотометрический метод (от 0,02 до 0,5% Co)

Суть метода: см ГОСТ 12353–78, разд. 3.

Аппаратура, реактивы и растворы, проведение анализа – по ГОСТ 12353–78, разд. 3.

Фотометрический метод (от 0,5 до 3,0% Co)

Суть метода: см. ГОСТ 12353–78, разд. 4.

Аппаратура, реактивы и растворы, проведение анализа – по ГОСТ 12353–78, разд. 4.

Обработка результатов. Содержание кобальта в процентах находят для обоих методов по построенным градуировочным графикам.

Фотоэлектрический спектральный анализ чугуна

Метод устанавливает правила и порядок проведения фотоэлектрического спектрального анализа содержания легирующих элементов и примесей в чугуне (в соответствии с ГОСТ 27611–88).

Определяют массовые доли следующих элементов, %: серы – от 0,005 до 0,20; фосфора – от 0,20 до 0,5; кремния – от 0,10 до 2,0; марганца – от 0,10 до 2,0; хрома – от 0,01 до 0,50; никеля – от 0,01 до 0,50; меди – от 0,02 до 0,20; ванадия – от 0,01 до 0,50; титана – от о,01 до 0,10; мышьяка – от 0,01 до 0,20.

Суть: метод основан на возбуждении излучения атомов анализируемого образца электрическим разрядом, разложении излучения в спектр, измерении аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности спектральных линий и последующем определении значений массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

Аппаратура: фотоэлектрические вакуумные и воздушные установки индивидуальной градуировки по стандартным образцам (СО) в соответствии с требованиями ГОСТа 8.315–81.

В ГОСТ 27611–88 подробно описана технология проведения анализа этим методом.

10.4. Стали легированные и высоколегированные. Определяют углерод, серу, кремний, фосфор, марганец, вольфрам, хром, ванадий, никель, молибден, медь, титан, алюминий, мышьяк, азот, бор, ниобий, микропримеси (сурьма, свинец, олово, цинк, кадмий), селен, церий, цирконий, титан, висмут, вольфрам, молибден

Определение углерода

Методы устанавливают правила определения содержания углерода в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12344–2003).

Описаны следующие методы:

кулонометрический (при массовой доле углерода от 0,002 до 2,0%);

инфракрасной спектроскопии (» » от 0,001 до 2,0%).

Общие требования ко всем методам анализа, кроме специально оговоренных, легированных и высоколегированных сталей должны соответствовать ГОСТ 20560–81.

Кулонометрический метод

Суть: метод основан на сжигании навески стали в токе кислорода в присутствии плавня при температуре 1300 – 1400 °С, поглощении образовавшегося диоксида углерода поглотительным раствором с определенным начальным значением pH и последующем измерении (на установке для кулонометрического титрования) количества электричества, затраченного на восстановление исходного значения pH, которое пропорционально массовой доле углерода в навеске пробы.

Аппаратура: установка для определения массовой доли углерода кулонометрическим методом (схема установки и порядок работы на ней приведены в ГОСТе 12344–2003). Допускается использование установок любого типа, в том числе с автоматическими весами (корректор массы), обеспечивающими точность результатов анализа, предусмотренную ГОСТом 12344–2003.

Инфракрасно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на сжигании навески стали в токе кислорода в присутствии плавня при температуре 1700 °С и определении количества образовавшегося диоксида углерода путем измерения поглощенной им инфракрасной радиации.

Аппаратура: любой тип автоматического анализатора, основанный на принципе абсорбции инфракрасной радиации и обеспечивающий точность результатов анализа, предусмотренную ГОСТом 12344–2003.

В ГОСТ 12344–2003 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Массовую долю углерода в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 12344–2003 формулам.

Определение серы

Методы устанавливают правила определения содержания серы в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12345–88).

Описаны следующие методы:

титриметрические методы (йодид-йодатный и тетраборатный – при массовой доле серы от 0,02 до 0,4%);

методы, основанные на применении автоматических анализаторов (кулонометрический и инфракрасно-абсорбционный – при массовой доле серы от 0,001 до 0,4%).

Титриметрический йодид-йодатный метод

Суть: метод основан на сжигании навески стали в токе кислорода при температуре 1300-1400 С в присутствии плавней с последующим поглощением сернистого газа водой и титрованием образующейся сернистой кислоты титрованным раствором смеси йодноватокислого калия и йодистого калия в присутствии индикатора крахмала.

Аппаратура: установка для титриметрического иодид-иодатного метода определения серы.

Титриметрический тетраборатный метод

Суть: метод основан на сжигании навески стали в токе кислорода при 1300–1400 °С в присутствии плавней с последующим поглощением сернистого газа окисляющим раствором, состоящим из сернокислого калия и перекиси водорода.

Аппаратура: установка для определения серы тетраборатным методом.

Кулонометрический метод

Суть: метод основан на сжигании навески стали в токе кислорода в присутствии плавня при температуре 1300–1400 °С, поглощение образовавшегося диоксида серы поглотительным раствором с определенным начальным значением pH и последующее измерение (на установке для кулонометрического титрования) количества электричества, необходимого для восстановления исходного значения pH, которое пропорционально содержанию серы в навеске анализируемой пробы.

Аппаратура: кулонометрические установки любого типа.

Инфракрасно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на сжигании навески стали в токе кислорода при температуре 1700 °С и определение количества образовавшегося диоксида серы путем измерения поглощенной им инфракрасной радиации.

Аппаратура: любой тип автоматичекого анализатора, основанный на принципе абсорбции инфракрасной радиации, обеспечивающий точность результатов анализа, предусмотренную ГОСТом 12345–88.

В ГОСТ 12345–88 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа.

Обработка результатов. Для всех методов массовую долю серы в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 12345–88 формулам.

Определение кремния

Методы устанавливают правила определения содержания кремния в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12346–78)

Описаны следующие методы при массовой доле кремния:

фотометрический (от 0,05 до 0,80% Si);

гравиметрический (от 0,2 до 6,0% Si).

Фотометрический метод (0,05 – 0,80% Si)

Суть: метод основан на образовании желтого кремнемолибденового комплекса в солянокислом растворе, восстановлении этого соединения аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Мешающее влияние фосфорномолибденового комплекса устраняется добавлением щавелевой кислоты.

Мышьяковомолибденовый комплекс образуется только при температуре кипения раствора.

Метод применим при определении кремния в сталях, содержащих менее 3% W и 2% Nb.

Аппаратура: Спектрофотометр типа СФ-16 или фотоэлектроколориметр.

Гравиметрический метод (0,20 – 6,0% Si)

Суть: метод основан на выделении кремния в виде полимеризованной кремневой кислоты из кислого раствора, ее дегидратизации и взвешивании полученного диоксида кремния.

В ГОСТ 12346– 78 для обоих методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа гравиметрическим методом:

при определении содержания кремния в сталях, содержащих до 0,5% Ti, до 0,5% Nb и до 2% Mo, соляно-кислотным методом;

при определении содержания кремния в сталях, содержащих до 5% W и до 10% Cr, серно-кислотным методом;

при определении содержания кремния в сталях, содержащих до 1% W, хлорнокислотным методом.

Обработка результатов. Массовую долю кремния в процентах вычисляют для обоих методов анализа по приведенным в ГОСТе 12346–78 формулам.

Абсолютные допустимые расхождения между крайними параллельными результатами при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений, указанных в таблицах ГОСТ 12346–78, в зависимости от массовой доли кремния.

Определение фосфора

Методы устанавливают правила определения содержания фосфора в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12347–77) при массовой доле фосфора от 0,002 до 0,25%.

Описаны следующие методы:

фотометрический;

экстракционно-фотометрический;

колориметрический визуальный;

титриметрический.

Распространяются на легированные и высоколегированные стали.

Фотометрический метод

Этим методом проводится определение фосфора в сталях с массовой долей вольфрама до 5%, никеля – до 5%, содержащих хром (при отношении массовой доли хрома к массовой доле фосфора не более 200).

Суть: метод основан на реакции образования желтой фосформолибденой гетерополикислоты и последующем восстановлении ее в азотно-хлорнокислом растворе до синего комплексного соединения аскорбиновой кислотой или в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии соответственно антимонилтартрата калия или гидрохлорида гидроксиламина.

Аппаратура: спектрофотометр типа СФ-46 или фотоэлектроколориметр типа КФК-2 или любого другого типа, обеспечивающие такую же точность измерения.

Экстракционно-фотометрический метод

Этим методом определяют фосфор в сталях, содержащих до 2% Ti, до 0,5% Zr, до 1% Nb, до 10% W, Mo, Ni и Cr.

Суть: метод основан экстрагировании фосфора из хлорно-кислой среды изобутиловым спиртом в виде желтого фосфорномолибденового комплекса, который восстанавливают в органической фазе (отделяя предварительно водный слой) до синего комплексного соединения хлористым оловом. Экстракт гомогенизируют ацетоном. Анализ заканчивают фотометрическим методом.

Аппаратура: спектрофотометр типа СФ-46 или фотоэлектроколориметр КФК-2 или другого типа, обеспечивающие такую же точность измерения.

Визуальный колориметрический метод (рекомендуемый)

Этим методом определяют фосфор в сталях, содержащих массовую долю вольфрама, хрома и никеля до 5% каждого.

Суть: метод основан на реакции образования желтой фосфорномолибденовой гетерополикислоты, которую экстрагируют эфиром и восстанавливают хлористым оловом до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Интенсивность окраски эфирного слоя сравнивают со шкалой стандартных растворов.

Титриметрический метод (рекомендуемый)

Этим методом определяют содержание фосфора в сталях без вольфрама и с массовой долей хрома менее 5%, а также в сталях с массовой долей вольфрама и хрома менее 5% каждого.

Метод не применим для анализа сталей, содержащих титан, цирконий, ниобий и более 5% вольфрама.

Суть: метод основан на осаждении фосфора в виде фосфоромолибдата аммония. Осадок растворяют в титрованном растворе щелочи.

Метод определения фосфора в хромистых и хромоникелевых сталях (рекомендуемый)

Суть: метод основан на растворении стали в смеси азотной и соляной кислот. Хром окисляют до шестивалентного в азотнокислой среде над сернокислым аммонием. Для полного окисления трехвалентного фосфора до пятивалентного применяют марганцевокислый калий.

Фосфор осаждают с коллектором гидроксидом железа в аммиачной среде. Осадок отфильтровывают и растворяют в азотной кислоте. Анализ заканчивают визуальным колориметрическим методом.

Метод определения фосфора в сталях (рекомендуемый)

Этим методом определяют фосфор в сталях с массовой долей вольфрама до 5%, титана до 1,5%, ниобия, хрома, никеля и ванадия до 1,5%.

Суть: метод основан на растворении навески стали в смеси азотной и соляной кислот. Хром окисляют до шестивалентного нагреванием с хлорной кислотой. При этом трехвалентный фосфор окисляется до пятивалентного. Хром отделяют от фосфора отгонкой в виде хлористого хромила. Анализ заканчивают визуальным колориметрическим методом.

В ГОСТ 12347–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов.

Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю фосфора в процентах вычисляют при анализе всеми методами по приведенным в ГОСТ 12347–77 формулам.

Допустимые расхождения между крайними результатами для всех методов анализа не должны превышать значений, указанных в таблицах ГОСТ 12347–77 в зависимости от массовой доли фосфора.

Определение марганца

Методы устанавливают правила определения содержания марганца в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12348–78).

Описаны следующие методы при массовой доле марганца:

фотометрический (от 0,05 до 10,0% Mn);

титриметрические (от 0,5 до 1,0% Mn);

потенциометрический (от 5,0 до 40,0% Mn);

атомно-абсорбционный (от 0,1до 5,0% Mn).

Фотометрический метод определения марганца (0,05 – 10,0%)

Суть: метод основан на окислении ионов марганца (II) (при концентрации их в растворе в пределах 0,001 – 0,012 мг/мл) в сернокислой среде (1,0 – 3,5 н.) иоднокислым калием до марганцевой кислоты и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрометр или фотоэлектроколориметр.

Титриметрические методы определения марганца (0,3 – 1,0%) в сталях, не содержащих кобальта

1. Определение марганца в сталях, содержащих до 1% хрома

Суть: метод основан на окислении ионов марганца (II) надсернокислым аммонием до марганцевой кислоты в кислой среде в присутствии азотнокислого серебра. Ионы MnO_4 оттитровывают раствором арсенит-нитрита натрия.

2. Определение марганца в сталях, содержащих более 1% Cr

Суть: метод основан на том, что мешающие определению марганца элементы осаждают оксидом цинка, затем в фильтрате после добавления кислоты марганец (II) окисляют надсернокислым аммонием в присутствии азотнокислого серебра до марганца (VII) и последний оттитровывают раствором арсенит-нитрита натрия.

Потенциометрический метод определения марганца (5,0 – 40 ,0%) в сталях, содержащих менее 0,1% V и менее 0,5% Co.

Суть: метод основан на реакции окисления марганца (II) до марганца (III) марганцево-кислым калием в нейтральной среде (при pH около 7). Железо, хром и другие элементы, мешающие определению марганца, связывают в пирофосфатные комплексы.

Аппаратура: установка для потенциометрического титрования с индикаторным платиновым электродом и электродом сравнения – каломельным, хлорсеребряным или вольфрамовым.

Атомно-абсорбционный метод определения марганца (0,10 – 5,0%)

Суть: метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами марганца, образующимися в результате раскисления анализируемого раствора в пламени воздух – ацетилен.

Навеску образца растворяют в смеси соляной и азотной кислот, выпаривают раствор досуха, и сухой остаток растворяют в соляной кислоте.

После соответствующего разбавления часть раствора используют для определения марганца атомно-абсорбционным методом.

Аппаратура: атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр, лампа с полым катодом для определения марганца.

В ГОСТ 12348–78 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описаны подготовка прибора к анализу и технология проведения анализа.

Обработка результатов. Массовую долю марганца для всех методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТе 12348–78 формулам.

Абсолютные допустимые расхождения между крайними параллельными результатами при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений, указанных в таблицах ГОСТ 12348–78 в зависимости от массовой доли марганца.

Определение вольфрама

Методы устанавливают правила определения содержания вольфрама в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12349–83).

Описаны следующие методы при массовой доле вольфрама:

фотометрический (от 0,05 до 3% W);

фотометрический (от 0,1 до 6% W);

гравиметрический (от 3 до 20% W).

Фотометрический метод (от 0,05 до 3% W)

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси серной и фосфорной кислот, окислении азотной кислотой, выделении гидроксидов железа, хрома и никеля раствором гидроксида натрия и фотометрическом определении вольфрама в фильтрате в видео крашенного комплексного соединения вольфрама с роданидом аммония после восстановления растворами хлористого олова и трехлористого титана.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр с принадлежностями.

Фотометрический метод (от 0,1 до 6,0% W)

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, выделении гидроксидов железа, хрома и никеля раствором гидроксида натрия и фотометрическом определении вольфрама в фильтрате в виде окрашенного комплексного соединения вольфрама с роданид-ионом.

Аппаратура: фотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты, окислении азотной кислотой и гидролитическом осаждении соединений вольфрама в присутствии цинхонина или желатины.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр с принадлежностями.

В ГОСТ 12349–83 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю вольфрама в процентах вычисляют во всех методах по приведенным в ГОСТ 12349–83 формулам.

Определение хрома

Методы устанавливают правила определения содержания хрома в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12350–75).

Описаны следующие методы при массовой доле хрома:

фотометрический (от 0,01 до 0,50% Cr);

титриметрический (от 0,20 до 35,0% Cr).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на окислении дифенилкарбазида хромом (VI) в сернокислой среде до окрашенного в красно-фиолетовый цвет соединения и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны.

Железо, никель, марганец и другие элементы, мешающие анализу, отделяют осаждением углекислым натрием.

Аппаратура: Фотоэлектроколориметр и спектрофотометр.

Титриметрический метод (0,20 – 35% Cr)

Суть: метод основан на окислении хрома (III) надсернокислым аммонием до хрома (VI) в кислой среде в присутствии азотнокислого серебра. Хромовую кислоту титруют раствором соли железа (II) и устанавливают потенциометрически или визуально конечную точку методом обратного титрования. В последнем случае избыток железа (II) оттитровывают раствором марганцевокислого калия.

Присутствующий в растворе ванадий после окисления титруют потенциометрически раствором соли железа (II) и учитывают при расчете массовой доли хрома.

Аппаратура: установка для потенциометрического титрования, %, с индикаторным платиновым электродом и электродом сравнения – каломельным, хлорсеребряным или вольфрамовым.

В ГОСТ 12350–75 для обоих методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа для всех сталей, в том числе описаны:

подготовка раствора к титрованию;

потенциометрическое титрование;

визуальное титрование.

Обработка результатов. Массовую долю хрома в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 12350–75 формулам.

Абсолютные допускаемые расхождения между крайними из параллельных результатов при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений, указанных в таблицах ГОСТ 12350–75 таблицах в зависимости от массовой доли хрома.

Определение ванадия

Методы устанавливают правила определения содержания ванадия в легированных и высоколегированных сталях при массовых долях ванадия от 0,01 до 6,0% (в соответствии с ГОСТ 12351–2003).

Описаны следующие титриметрические методы:

метод амперометрического титрования;

метод амперометрического потенциометрического или визуального титрования.

Распространяются на легированные и высоколегированные стали.

Определение ванадия (0,01 – 0,2% V) методом амперометрического титрования

Суть: метод основан на окислении ванадия (IV) марганцевокислым калием в сернокислой среде и амперометрическом титровании ванадия (V) раствором двойной сернокислой соли закисного железа и аммония.

Аппаратура: любые установки, пригодные для амперометрического титрования ванадия, обеспечивающие требуемую точность определения.

Определение ванадия (при массовой доле 0,05 – 6,0%) методами амперометрического, потенциометрического и визуального титрования

Суть: методы основаны на окислении ванадия (IV) марганцево-кислым калием в кислой среде и титровании ванадия (V) раствором двойной сернокислой соли закиси железа и аммония. Точку эквивалентности определяют амперометрически, потенциометрически или визуально.

Аппаратура: любые установки, пригодные для потенциометрического или амперометрического титрования ванадия, обеспечивающие заданную точность определения.

В ГОСТ 12351–2003 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа.

Обработка результатов. Массовую долю ванадия в процентах вычисляют для обоих методов по формуле, приведенной в ГОСТ 12351–2003.

Определение никеля

Методы устанавливают правила определения содержания никеля в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12352–81).

Описаны следующие методы при массовой доле никеля:

фотометрический (от 0,01 до 4,0% Ni);

гравиметрический (от 0,5 до 45,0% Ni);

атомно-абсорбционный (от 0,1 до 15,0% Ni).

Фотометрические методы

1. Определение содержания никеля (0,01–0,5%) в сталях с массовой долей меди до 1%, кобальта до 1%, марганца до 2%.

Суть: метод основан на образовании окрашенного в красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в аммиачной среде в

присутствии бромистого и бромоватокислого калия и измерении светопоглощения раствора при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

2. Определение содержания никеля (0,1 – 4,0%) в сталях с массовой долей меди до 2%, кобальта до 1,5%, марганца до 2 %.

Суть: метод основан на образовании окрашенного в красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя надсернокислого аммония и измерении светопоглощения раствора при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на осаждении никеля спиртовым раствором диметилглиоксима в слабо аммиачной среде.

В ГОСТ 12352–81 для рассмотренных выше методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении поглощения резонансного излучения свободными атомами никеля, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух – ацетилен.

Аппаратура: атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

В ГОСТ 12352–81 приведены составы растворов и реактивы с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны подготовка прибора и его настройка на резонансную линию, порядок подготовки к анализу и технология проведения экспериментов этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю никеля в процентах для методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 12352–81 формулам.

Определение кобальта

Методы устанавливают правила определения содержания кобальта в легированных и высолегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12353–78).

Описаны следующие методы при массовой доле кобальта:

фотометрический (от 0,0005 до 3,0% Co);

атомно-абсорбционный (от 0,005 до 25,0% Co);

потенциометрического титрования (от 2,0 до 20,0% Co);

гравиметрический (от 0,5 до 25,0% Co).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании окрашенного в красный цвет внутрикомплексного соединения кобальта (III) с нитрозо-Р-солью. Светопоглощение раствора измеряют при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Метод потенциометрического титрования

Суть: метод основан на том, что кобальт отделяют от марганца, хрома, никеля и других элементов селективной сорбцией на анионите из солянокислого раствора. В элюате кобальт (II) титруют потенциометрически в аммиачной среде раствором железосинеродистого калия, при этом кобальт (II) окисляется до кобальта (III).

Аппаратура: установка для потенциометрического титрования.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами кобальта, возбуждающимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени ацетилен – воздух или ацетилен – закись азота при заданной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на растворении стали в соляной кислоте, отделении кобальта от остальных компонентов оксидом цинка, осаждении его нитрозо-2-нафталом, прокаливании осадка до закиси – окиси кобальта и переведении его в сернокислый кобальт.

В ГОСТ 12353–78 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю кобальта в процентах для всех указанных методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 12353–78 формулам.

Определение молибдена

Методы устанавливают правила определения содержания молибдена в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12354–81).

Описаны следующие методы при массовой доле молибдена:

фотометрический с экстракцией (от 0,01 до 3,0% Mo);

фотометрический без экстракции (от 0,1 до 6,0% Mo);

гравиметрический (от 3,0 до 10,0% Mo);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 5,0% Mo)

Фотометрический метод определения молибдена с экстракцией

Суть: метод основан на образовании комплексного соединения молибдена (V) с роданистым аммонием, экстракции его н-бутилацетатом и измерении светопоглощения полученного окрашенного экстракта при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод определения молибдена без экстракции

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения молибдена (V) с роданистым аммонием и измерении светопоглощения раствора при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Гравиметрический метод определения молибдена

Суть: метод основан на осаждении молибдена в виде молибдата свинца, прокаливании осадка и его взвешивании.

Атомно-абсорбционный метод определения молибдена

Суть: метод основан на растворении пробы смеси серной и фосфорной кислот. После упаривания раствора до появления паров серной кислоты и разбавления водой раствор распыляют в пламя закись азота – ацетилен и измеряют абсорбцию молибдена при определенной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

В ГОСТ 12354–81 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю молибдена в процентах для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТе 12354–81 формулам.

Определение меди

Методы устанавливают правила определения содержания меди в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12355–78).

Описаны следующие методы при массовой доле меди:

экстракционно-фотометрический (от 0,01 до 0,1% Cu);

фотометрический (от 0,10 до 1,0% Cu);

полярографический (от 0,01 до 2,0% Cu);

титриметрический (от 1,0 до 4,0% Cu);

гравиметрический (от 0,30 до 4,0% Cu);

атомно-абсорбционный (от 0,1 до 4,0% Cu).

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании в аммиачном растворе окрашенного в желтый цвет и экстрагируемого хлороформом комплексного соединения меди (III) с диэтилдитиокарбоматом натрия.

Аппаратура: спектрометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании в аммиачном растворе окрашенного в желтый цвет и стабилизируемого желатином комплексного соединения меди (II) с диэтилдитиокарбоматом натрия.

Аппаратура: спектрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Полярографический метод

Суть: метод основан на осаждении меди в виде сульфида серноватокислым натрием и отделении осадка фильтрованием от железа, хрома, никеля и ряда других элементов. Анализ заканчивается полярографированием аммиачного комплекса меди при заданной длине волны.

Аппаратура: электронный полярограф.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на отделении меди от железа, хрома и других элементов осаждением серноватистокислым натрием в виде сульфида меди (I), а затем отделении ее от ванадия и молибдена осаждением гидроксидом натрия. Медь (II) восстанавливают до меди (I) иодидом калия и титруют выделившийся при этом иод раствором серноватокислого натрия.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на электролитическом выделении меди из слабокислого раствора. Медь предварительно отделяют от железа, хрома и других элементов осаждением серноватокислым натрием.

В ГОСТ 12355–78 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработку результатов. Массовую долю меди в процентах для всех указанных методов вычисляют по приведенным в ГОСТе 12355–78 методам.

Определение титана

Методы устанавливают правила определения содержания титана в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12356–81).

Описаны следующие методы при массовой доле титана:

фотометрический с экстракцией (от 0,01 до 1,5% Ti);

фотометрический без экстракции (от 0,1 до 3,5% Ti).

Метод определения титана с экстракцией

Суть: метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном, экстракции его хлороформом и измерении светопоглощения, полученного экстракта при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Метод определения титана без экстракции

Суть: метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном в солянокислой среде и измерении светопоглощения полученного раствора при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 12356–81 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения анализа.

Обработка результатов. Массовую долю титана в процентах для обоих методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТ 12356–81 формулам.

Определение алюминия

Методы устанавливают правила определения содержания алюминия в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12357–84).

Описаны следующие методы при массовой доле алюминия:

фотометрический с отделением 8-оксихинолином и купферроном (от 0,01 до 0,20% Al);

фотометрический с отделением гидроксидом натрия (от 0,01 до 0,20% Al);

атомно-абсорбционный с электротермическим нагреванием (от 0,01 до 0,20% Al);

титриметрический (от 0,20 до 7,0% Al);

атомно-абсорбционный с атомизацией в пламени (от 0,20 до 7,0% Al);

гравиметрический (от 0,20 до 7,0% Al).

Фотометрический метод с отделением 8-оксихинолином и купферроном

Суть: метод основан на образовании окрашенных комплексных соединений алюминия с хромазуролом и с алюминоном при заданных pH.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр; pH-метр.

Фотометрический метод с отделением гидроксидом натрия

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения алюминия с хромазуролом и поливиниловым спиртом при заданном pH.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Атомно-абсорбционный метод с электротермическим нагреванием

Суть: метод основан на измерении величин поглощения излучения свободными атомами алюминия при заданной длине волны, образующимися в результате термической диссоциации соединений алюминия в графитовой кювете.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с графитовой кюветой.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на реакции образования комплексного соединения алюминия с трилоном Б в слабокислой среде и последующем титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка.

Конечную точку титрования устанавливают визуально по изменению окраски индикатора ксиленолового оранжевого.

Аппаратура: pH-метр.

Атомно-абсорбционный метод с атомизацией в пламени

Суть: метод основан на измерении при заданной длине волны поглощения резонансного излучения свободными атомами алюминия, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени закись азота – ацетилен.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенным атомизатором.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на отделении алюминия от сопутствующих элементов осаждением фтористым натрием, растворении осадка криолита в смеси соляной и борной кислот и осаждении алюминия 8-ортооксихинолином или бензоатом аммония. Осадок прокаливают до получения оксида алюминия и взвешивают.

Аппаратура: pH-метр.

В ГОСТ 12357–84 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю алюминия в процентах для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 12357–84 формулам.

Определение мышьяка

Методы устанавливают правила определения содержания мышьяка в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12358–82).

Описаны следующие методы при массовой доле мышьяка:

непламенный атомно-абсорбционный (от 0,0002 до 0,005% As);

фотометрический (от 0,002 до 0,05% As);

потенциометрический (от 0,05 до 0,2% As).

Непламенный атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

Суть: метод основан на измерении величины поглощения излучения свободными атомами мышьяка при заданной длине волны, образующимися при введении анализируемого раствора в графитовую кювету. Мышьяк предварительно отделяют от сопутствующих элементов стали дистилляцией в виде треххлористого мышьяка из солянокислого раствора в присутствии сернокислого гидразина и бромистого калия или осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в 1 н. сернокислом растворе с использованием в качестве коллектора сульфида меди.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с графитовой кюветой, лампа для определения мышьяка.

Фотометрический метод определения мышьяка

Суть: метод основан на образовании синего мышьяково-молибденового комплекса в результате взаимодействия пятивалентного мышьяка с молибденовокислым аммонием в присутствии восстановителя – сернокислого гидразина или аскорбиновой кислоты. Мышьяк предварительно отделяют от сопутствующих элементов стали отгонкой в виде треххлористого мышьяка из солянокислого раствора в присутствии сернокислого гидразина и бромистого калия или осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в сернокислом растворе с использованием в качестве коллектора сульфида меди.

Аппаратура: спекрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Потенциометрический метод определения мышьяка

Суть: метод основан на дистилляции треххлористого мышьяка (III) из солянокислого раствора стали в присутствии бромистого калия и сернокислого гидразина и потенциометрическом титровании раствором бромноватокислого калия до получения скачка потенциала.

Аппаратура: аппарат для дистилляции мышьяка, установка для потенциометрического титрования с гальванометром, схема которой приведена на рис. 186.

В ГОСТ 12358–82 для всех методов: приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю мышьяка в процентах для всех методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТ 12358–82 формулам.

Определение азота

Методы устанавливают правила определения содержания азота в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТом 12359–81).

Описаны следующие методы при массовой доле азота:

фотометрический (от 0,002 до 0,01% N);

титриметрический (от 0,005 до 0,50% N);

восстановительного плавления (от 0,002 до 0,50% N).

Фотометрический метод определения азота

Суть: метод основан на растворении стали в неокисляющих кислотах, разложении образующихся аммонийных солей гидроксидом натрия, дистилляции аммиака с паром или с воздушной аспирацией из щелочного анализируемого раствора и определении его в конденсате фотометрическим методом с реактивом Несслера.

Аппаратура: фотометр или спектрофотометр.

Приведены рекомендуемые схемы установок для дистилляции аммиака с паром (рис. 187) или с воздушной аспирацией (рис. 188).

Титриметрический метод определения азота

Суть: метод основан на растворении стали в неокисляющих кислотах и разложении образующихся амминийных солей гидроксидом натрия.

Аппаратура: та же, что в фотометрическом методе.

В ГОСТ 12359–81 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю азота в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТе 12359–81 формулам.

Метод восстановительного плавления

При проведении анализа этим методом в вакууме или в токе инертного газа-носителя применяют автоматичекие приборы любого типа,

обеспечивающие абсолютные допустимые расхождения результатов параллельных определений, приведенных в таблицах ГОСТ 12359–81 в зависимости от массовой доли азота.

Определение бора

Методы устанавливают правила определения содержания бора в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12360–82).

Описаны следующие методы при массовой доле бора:

фотометрический (от 0,0005 до 0,1% В);

экстракционно-фотометрический (от 0,0005 до 0,1% В);

потенциометрического титрования (от 0,05 до 2,0% В).

Фотометрический метод определения бора

Суть: метод основан на отделении бора в виде борнометилового эфира дистилляцией с метиловым спиртом с последующим образованием окрашенного в синий цвет соединения борной кислоты с хинализарином в сернокислом растворе. Светопоглощение раствра измеряют при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр, дистилляционный аппарат (см. рис. 187), изготовленный из кварца или стекла, не содержащего бора. Допускается применение аппаратов другой конструкции.

Экстракционно-фотометрический метод определения бора

Суть: метод основан на превращении борной кислоты в тетрафторборную и экстракции 1,2-дихлорэтаном окрашенного в голубой цвет соединения тетрафтороборат-ионов с реагентом метиленовым голубым с последующим измерением светопоглощения экстракта при заданной длине волны.

Аппаратура: Спектрофотометр, фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод определения бора в сталях с массовой долей ванадия до 1%

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения бора с Аш-резорционом и тионином при заданном pH после отделения бора гидроксидом натрия в сильнощелочной среде. Светопоглощение раствора измеряют при заданной длине волны.

Вольфрам и молибден не мешают определению , влияние алюминия устраняют добавлением трилона Б.

Аппаратура: спектрофотометр, фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Метод потенциометрического титрования

Суть: метод основан на отделении бора от железа, никеля, хрома, молибдена и других элементов щелочью и хлористым барием с последующим определением бора в фильтрате методом потенциометрического титрования.

Аппаратура: pH-метр.

В ГОСТ 12360–82 для всех методов определения бора в сталях приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов, подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю бора в процентах для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 12360–82 формулам.

Определение ниобия

Методы устанавливают правила определения содержания ниобия в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12361–2002).

Описаны следующие методы при массовой доле ниобия:

фотометрические с реагентом сульфохлорфенолом С или сульфонитрофенолом С (от 0,002 до 4,00% Nb);

фотометрический с реагентом ПАР (от 0,01 до 8,00% Nb).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 28473–90.

Фотометрический метод определения ниобия, осажденного фениларсеновой кислотой, с сульфохлорфенолом С или с сульфонитрофенолом С

Суть: метод основан на растворении навески в подходящих кислотах, измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр; муфельная печь для сплавления.

Фотометрический метод определения ниобия с сульфонитрофенолом С и с сульфохлорфенолом С.

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения ниобия с сульфохлорфенолом С или с сульфонитрофенолом С в среде соляной кислоты и последующем измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод определения ниобия с реагентом ПАР

Суть: метод основан на окрашивании комплексного соединения ниобия с реагентом ПАР и титрат-ионами в среде соляной кислоты. Влияние сопутствующих элементов устраняют маскированием их трилоном Б.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр; муфельная печь для сплавления.

В ГОСТ 12361–2002 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Обработка результатов. Для всех методов анализа массовую долю ниобия в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 12361–2002 формулам.

Определение микропримесей сурьмы, свинца, олова, цинка, кадмия

Методы устанавливают правила определения содержания в легированных и высоколегированных сталях микропримесей сурьмы, свинца, олова, цинка и кадмия (в соответствии с ГОСТ 12362–79).

Описаны следующие методы при массовой доле элементов:

экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы (от 0,0002 до 0,01%);

экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы (от 0,0005 до 0,01%);

фотометрический метод определения свинца (от 0,0005 до 0,01%;

полярографический метод определения свинца (от 0,001 до 0,01%);

инверсионно-вольтамперометрический метод определения свинца (от 0,0002 до 0,01%);

беспламенный атомно-абсорбционный метод определения свинца (от 0,0002 до 0,01%);

полярографический метод определения олова (от 0,001 до 0,01%);

инверсионно-вольтамперометрический метод определения олова (от 0,001 до 0,01%);

фотометрический метод определения олова (от 0,001 до 0,01%);

атомно-абсорбционный метод определения цинка и кадмия (цинка от 0, 0005 до 0,01% и кадмия от 0,0005 до 0,01%);

полярографический метод определения цинка и кадмия (цинка от 0,0015 до 0,01% и кадмия – от 0,001 до 0,01%);

полярографический метод определения свинца, цинка и кадмия (свинца от 0,001 до 0,01%, цинка – от 0,0015 до 0,01% и кадмия – от 0,001 до 0,01%).

Методы распространяются на легированные и высоколегированные стали.

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы (0,0002 – 0,01%) в сталях, содержащих не более 3% W и не более 3% Ti

Суть: метод основан на реакции взаимодействия аниона сурьмы с бриллиантовым зеленым в среде соляной и серной кислот с образованием комплексного соединения, окрашенного в сине-зеленый цвет, экстрагируемого толуолом. Светопоглощение экстракта измеряют при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы (0,0005 – 0,01%) в сталях, содержащих более 3% W и более 3% Ti

Суть: метод основан на реакции взаимодействия аниона сурьмы с метиленовым голубым в среде серной и соляной кислот с образованием комплексного соединения, окрашенного в голубой цвет, экстрагируемого хлороформом, или с бриллиантовым зеленым в смеси соляной и серной

кислот с образованием комплексного соединения, окрашенного в сине-зеленый цвет, экстрагируемого толуолом.

Аппаратура: спектрофотометр, спектрофотоколориметр, фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод определения свинца (0,0005 – 0,01%)

Суть: метод основан на образовании в слабощелочной среде в присутствии цианистого калия внутри комплексного соединения свинца с дитизоном, окрашенного в красный цвет и экстрагируемого хлороформом.

Аппаратура: спектрофотометр, спектрофотоколориметр, фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Полярографический метод определения свинца (0,001 – 0,01%)

Суть: метод основан на способности свинца восстанавливаться на ртутном капающем электроде относительно ртутного анода на фоне лимонной кислоты. Режим полярографирования – переменнотоковый или осциллографический.

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1 или полярограф типа ПО-5122.

Инверсионно-вольтамперометрический метод определения свинца (0,0002-0,01%)

Суть: метод основан на предварительном концентрировании свинца на стационарном ртутном капельном электроде при потенциале –0,85 В в растворе лимонной кислоты и хлористого аммония с последующей регистрацией тока анодного растворения свинца при потенциале –0,48 В по отношению к хлорсеребряному электроду в присутствии основных компонентов стали.

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1 или полярограф типа ПО-5122.

Беспламенный атомно-абсорбционный метод определения свинца (0,0002–0,01%)

Суть: метод основан на измерении поглощения излучения свободными атомами свинца при заданной длине волны, образующимися при введении анализируемого раствора в графитовую кювету.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с графитовой кюветой.

Полярографический метод определения олова (0,001 – 0,01%) в сталях, не содержащих ниобия и титана

Суть: метод основан на способности олова восстанавливаться на ртутном капающем электроде относительно ртутного анода на фоне соляной кислоты и хлористого аммония. Режим полярографирования переменнотоковый или осциллографический.

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1 или полярограф типа ПО-5122.

Инверсионно-вольтамперометрический метод определения олова (0,001 – 0,01%) в сталях, содержащих титан и ниобий

Суть: метод основан на предварительном концентрировании олова на стационарном ртутном капельном электроде в растворе щавелевой кислоты и метиленового голубого с последующей регистрацией тока анодного растворения олова после отделения от основных компонентов соосаждением с гидроксидом бериллия в присутствии трилона Б.

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1 или полярограф типа ПО-5122.

Фотометрический метод определения олова (0,001 – 0,01%) в сталях, не содержащих титана и ниобия

Суть: метод основан на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения олова (IV) с пирокатехиновым фиолетовым, стабилизируемого желатином. Светопоглощение раствора измеряют при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Атомно-абсорбционный метод определения цинка (0,0005 – 0,01%) и кадмия (0,0005 – 0,01%)

Суть: метод основан на измерении поглощения излучения свободными атомами цинка или кадмия, образующимися в результате распыления солянокислых растворов цинка и кадмия в пламени воздух – ацетилен.

Вольфрам, ниобий, кремний и титан отделяют кислотным гидролизом.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр, снабженный горелкой для работы в пламени воздух – ацетилен.

Полярографический метод определения цинка (0,0015 – 0,01%) и кадмия (0,001 – 0,01%) в сталях, содержащих вольфрам, молибден, титан и ниобий

Суть: метод основан на способности цинка и кадмия восстанавливаться на ртутном капающем электроде относительно ртутного анода на фоне ортофосфорной кислоты.

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1.

Полярографический метод определения свинца (0,001 – 0,01%), цинка (0,0015 – 0,01%) и кадмия (0,001 – 0,01%) в сталях , не содержащих вольфрама, молибдена, титана, ниобия

Суть: метод основан на способности свинца, цинка и кадмия восстанавливаться на ртутном капающем электроде относительно ртутного анода на фоне ортофосфорной кислоты с использованием полярографа переменного тока или при потенциале пика для свинца на фоне лимонной кислоты, для кадмия и цинка соответственно относительно ртутного анода на фоне заданных реагентов с использованием осциллографического полярографа.

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1 или осциллографический полярограф типа ПО-5122.

В ГОСТ 12362–79 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов: массовую долю микропримесей в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТ 12362–79 формулам.

Определение селена

Методы устанавливают правила определения содержания селена в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12363–79).

Описаны следующие методы при массовой доле селена:

титриметрический (от 0,03 до 0,50% Se);

фотометрический (от 0,03 до 0,50% Se).

Титриметрический метод определения селена

Суть: селен (IV) восстанавливают сернистой кислотой до элементарного селена, осадок которого отделяют, а затем растворяют в кислотах. Селен (IV) восстанавливают йодидом калия и титруют выделившийся при этом йод раствором тиосульфита натрия.

Фотометрический метод определения селена

Суть: селен (IV) восстанавливают сернокислым гидразином в присутствии монохлорида йода до элементарного селена, осадок которого отделяют, а затем растворяют в кислотах. Селен (IV) в растворе вновь восстанавливают до элементарного хлористым оловом в присутствии сернокислой меди и желатина и измеряют поглощение коллоидного раствора элементарного селена.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 12363–79 приведены составы реактивов и растворов, используемые при проведении обоих методов, с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю селена в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 12363–79 формулам.

Определение церия

Методы устанавливают правила определения содержания церия в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12364–84).

Описаны следующие методы при массовой доле церия:

фотометрический метод (от 0,002 до 0,05% Ce);

амперометрический метод (от 0,005 до 0,2% Ce).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на способности церия (IV) окислять ортотолидин в серно-кислой среде с образованием окрашенного в желтый цвет соединения и последующем измерении оптической плотности раствора на спектрофотометре при заданной длине волны или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания

в интервале заданных длин волн. Церий отделяют от основных компонентов стали осаждением в виде фторида с последующим переосаждением его в виде оксалата.

Аппаратура: спектрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Амперометрический метод

Суть: метод основан на титровании церия (IV) раствором двойной сернокислой соли закиси железа – аммония в серно-кислой среде на амперометрической установке с двумя платиновыми электродами или с платиновым и каломельным электродами при потенциале по току окисления избыточных ионов железа (II).

Церий (III) окисляют до церия (IV) марганцевокислым калием с последующим восстановлением его избытка азотистокислым натрием и связыванием последнего мочевиной. Церий отделяют от основных компонентов стали осаждением в виде фторида с последующим переосаждением его в виде оксалата.

Аппаратура: амперометрическая установка с двумя платиновыми электродами или с платиновым и каломельным электродами.

Приведены составы реактивов и растворов для обоих методов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю церия в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 12364–84 формулам.

Определение циркония

Методы устанавливают правила определения содержания циркония в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 12365–84).

Описаны следующие методы при массовой доле циркония:

фотометрический прямой с реагентом ксиленоловым оранжевым (от 0,10 до 1,0% Zr) для сталей, не содержащих молибдена и ниобия;

фотометрический с реагентом арсеназо III (от 0,01 до 0,50% Zr) с предварительным отделением циркония от мешающих элементов;

гравиметрический фосфатный (от 0,10 до 1,0% Zr).

Фотометрический метод с реагентом ксиленоловым оранжевым

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения циркония (IV) с ксиленоловым оранжевым в растворе серной кислоты и измерении светопоглощения раствора при заданной длине волны. Железо (III) восстанавливают до железа (II) аскорбиновой кислотой.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод с реагентом арсеназо III

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения циркония с арсеназо III в растворе соляной кислоты и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны. Цирконий

предварительно отделяют от хрома, молибдена, вольфрама осаждением аммиаком с использованием в качестве коллектора гидроксида железа. Железо (III) восстанавливают до железа (II) аскорбиновой кислотой.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на осаждении циркония в виде фосфорнокислого циркония и прокаливании его до пирофосфорнокислого. От мешающих элементов цирконий предварительно отделяют купферроном.

В ГОСТ 12365–84 приведены составы реактивов и растворов для всех методов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю циркония в процентах для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 12365–84 формулам.

Определение тантала

Методы устанавливают правила определения содержания тантала в легированных и высоколегированных сталях (в соответствии с ГОСТ 17051–82).

Описаны следующие методы при массовой доле тантала:

экстракционно-фотометрический (от 0,002 до 1,0% Та);

фотометрический (от 0,10 до 1,0% Та).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 28473–90.

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на экстракции окрашенного в зеленый цвет соединения фторидного комплекса тантала (V) с малахитовым зеленым смесью из гексана и 1,2-дихлорэтана и последующем измерении оптической плотности экстракта при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на выделении тантала из хлорно-кислого раствора сернистой кислотой, переосаждении фениларсоновой кислотой, образовании окрашенного в желтый цвет соединения тантала с пирогаллолом в растворе ортофосфорной кислоты и измерении оптической плотности при заданной длине волны. В случае присутствия вольфрама производят дальнейшее отделение тантала осаждением сульфатом магния в аммиачном растворе.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 17051–82 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов.

Описаны правила построения градуировочных графиков для обоих методов. Массовую долю тантала в процентах подсчитывают по пиведенным в ГОСТ 17051–82 формулам. В табл. 4 этого ГОСТа приведены нормы

точности и нормативы контроля точности определения массовой доли тантала в сталях.

Определение висмута

Методы устанавливают правила определения содержания висмута в сталях легированных и высоколегированных (в соответствии с ГОСТ 29117–91).

Описаны следующие методы при массовой доле висмута:

фотометрический (от 0,0005 до 0,01% Bi);

непламенный атомно-абсорбционный (от 0,0001 до 0,01% Bi);

инверсионно-вольтамперометрический (от 0,0001 до 0,005% Bi);

полярографический (от 0,001 до 0,01% Bi).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 28473–93.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании окрашенного в розовый цвет комплесного соединения висмута с ксиленовым оранжевым в растворе азотной кислоты и измерении его оптической плотности в области светопропускания с максимумом поглощения при заданной длине волны.

Висмут предварительно отделяют от сопутствующих элементов стали осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в аммиачном растворе в присутствии коллектора сульфида меди и винной кислоты в качестве комплексообразующего вещества или методом ионообменной хроматографии.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр с принадлежностями для измерения в видимой области спектра, pH-метр, ионообменная колонка.

В ГОСТ 29117–91 приведены составы реактивов и растворов, необходимых для проведения анализа. Подробно описана технология проведения анализа:

для сталей, содержащих вольфрам, молибден, ниобий;

Обработка результатов. Массовую долю висмута в процентах находят по градуировочному графику.

Непламенный атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении поглощения свободными атомами висмута при заданной длине волны, образующимися при введении анализируемого раствора в графитовую кювету.

Висмут предварительно отделяют от сопутствующих элементов стали, как в фотометрическом методе.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с графитовой кюветой, лампа для определения вимута.

В ГОСТ 29117–91 приведены составы реактивов и растворов, необходимых для проведения анализа. Описаны технология проведения анализа, правила построения градуировочных графиков.

Обработка результатов. Массовую долю висмута в процентах находят по градуировочному графику.

Инверсионно-вольтамперометрический метод

Суть: метод основан напредварительном концентрировании висмута на стационарном ртутном капельном или ртутно-графитовом электроде при заданном потенциале в растворе соляной кислоты определенной концентрации с последующей регистрацией тока анодного растворения симута при заданном потенциале по отношению к хлорсеребряному электроду.

Висмут предварительно отделяют от сопутствующих элементов стали, как в фотометрическом методе.

Аппаратура: полярограф переменного тока, осциллографический или постоянного тока, потенциостат любой модели, ячейка с хлорсеребряным электродом сравнения.

В ГОСТ 29117–91 приведены составы рекативов и растворов, необходимых для анализа, с указанием соответствующих ГОСТов. Описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. При работе с ртутно-графитовым электродом содержание висмута находят методом стандартных добавок.

При работе со стационарным ртутным капельным электродом содержание висмута находят по градуировочному графику.

Полярографический метод

Суть: метод основан на способности висмута восстанавливаться на ртутном капающем электроде в растворе соляной кислоты определенной концентрации при заданном потенциале по отношению к хлорсеребряному электроду.

Висмут предварительно отделяют от сопутствующих элементов стали, как в фотометрическом методе.

Аппаратура: полярограф переменного тока, осциллографический или постоянного тока, ячейка с ртутным капающим электродом.

В ГОСТ 29117–91 приведены реактивы и растворы, необходимые для проведения анализа, с указанием соттветствующих ГОСТов. Подробно описаны технология проведения анализа, правила построения градуировочных графиков.

Обработка результатов. Массовую долю висмута в процентах вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 29117–91.

Атомно-эмиссионный спектральный метод определения вольфрама и молибдена

Атомно-эмиссионный метод (с возбуждением в индуктивно-связанной плазме) устанавливает правила определения массовой доли молибдена и вольфрама в легированных и высоколегированных сталях в диапазоне от 0,01 до 5,0% (в соответствии с ГОСТ Р 51056–97).

Суть: метод основан на измерении интенсивности эмиссии атомов вольфрама и молибдена при введении раствора образца в источник возбуждения.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 28473–93.

Аппаратура: стандартная спектрометрическая установка, состоящая из спектрометра (многоканального или сканирующего последовательного), высокочастотного генератора, измерительной электронной системы и компьютера.

В ГОСТ Р 51056–97 приведены составы реактивов и материалов, необходимых для проведения анализа с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю молибдена и вольфрама в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ Р 51056–97 формулам.

10.5. Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Определяют оксид алюминия, бор, бериллий, висмут, ванадий, железо, кремний, калий, кадмий, литий, магний, марганец, медь, мышьяк, натрий, никель, олово, свинец, сурьму, титан, хром, редкоземельные элементы и иттрий, цирконий, цинк, скандий, галлий

Определение оксида алюминия

Методы устанавливают правила определения содержания оксида алюминия в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.1–90).

Описаны фотометрические методы определения оксида алюминия при суммарной массовой доле поверхностного и присутствующего в объеме оксида алюминия от 0,002 до 1,0% и при массовой доле присутствующего в объеме оксида от 0,002 до 0,05% в сплавах, содержащих до 1% Si.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Фотометрический метод (при содержании оксида алюминия от 0,002 до 1,0%)

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси бромистого калия, брома и этилацетата, отделении нерастворившегося оксида алюминия, сплавлении его с пироксернокислым калием, растворении плава, образовании фиолетово-красного комплекса алюминия с эриохромцианином – Р и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: печь муфельная, спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Фотометрический метод (при содержании оксида алюминия от 0,002 до 0,05%) в сплавах, содержащих до 1% Si

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси растворов двухлористой меди и хлористого аммония, отделении нерастворившегося оксида алюминия, сплавлении оксида алюминия с пиросернокислым калием, растворении плава, образовании фиолетово-красного комплекса алюминия с эриохромцианином – Р и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: печь муфельная, спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 117391.1–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю оксида алюминия в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 11739.1–90 формулам.

Определение бора

Методы устанавливают правила определения содержания бора в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.2–90).

Описаны фотометрические методы определения бора с диантримидом при массовой доле бора от 0,001 до 0,5% и от 0,0001 до 0,001%.

Фотометрический метод определения бора с диантримидом

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе гидроксида натрия, образовании голубого комплекса бора с диантримидом в концентрированной серной кислоте и последующем измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фотоэлектрический метод определения бора с хроматографическим отделением

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси серной, азотной и соляной кислот, разделении бора и алюминия на катионите, образовании голубого комплекса бора с диантримидом в концентрированной серной кислоте и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, сушильный шкаф с терморегулятором.

В ГОСТ 11739.2–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю бора в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 11739.2–90 формулам.

Определение бериллия

Методы устанавливают правила определения содержания бериллия в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.3–99).

Описаны следующие методы при массовой доле бериллия:

фотометрический (от 0,001 до 1% Be);

люминесцентный (от 0,0001 до 0,001% Be);

атомно-эмиссионный с индукционной плазмой (от 0,00005 до 0,01% Be).

Фотометрический метод определения бериллия

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси серной, азотной и соляной кислот или в растворе гидроксида натрия, маскировании мешающих элеметов трилоном Б, образовании комплексного содинения бериллия с беролоном IV в присутствии гексаметилентетрамина и измерении оптичской плотности раствора при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, муфельная печь.

Люминесцентный метод определения бериллия

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, установлении в растворе определенного pH, образовании комплексного соединения с морином, возбуждении флуоресценции комплекса при определенной заданной длине волны.

Аппаратура: pH-метр, флуориметр типа «Квант».

Атомно-эмиссионный метод определения бериллия

Суть: метод основан на растворнии пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода и измерении атомной абсорбции бериллия при определенной заданной длине воны в пламени ацетилен – закись азота.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для бериллия.

Атомно-эмиссионный метод определения бериллия с индукционной плазмой

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода, распылении раствора в факел индукционной плазмы, измерении интенсивности излучения бериллия при определенной длине волны.

В ГОСТ 11739.3–99 для всех методов приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю бериллия в процентах вычисляют для всех методов по градуировочным графикам и по приведенным в ГОСТ 11739.3–99 формулам.

Определение висмута

Методы устанавливают правила определения содержания висмута в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.4–90).

Описаны следующие методы при массовой доле висмута:

фотометрический (от 0,005 до 0,8% Bi);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 1,0% Bi).

Фотометрический метод определения висмута

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси серной и азотной кислот или в растворе гидроксида натрия, образовании оранжево-желтого комплекса висмута с иодистым калием и последующем измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод определения висмута

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции висмута при заданной длине волны в пламени ацетилен–воздух.

Аппаратура: спектрометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 11739.4–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю висмута в процентах вычисляют для обоих методов по формулам, приведенным в ГОСТ 11739.4–90.

Определение ванадия

Методы устанавливают правила определения содержания ванадия в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.5–90).

Описаны следующие методы при массовой доле ванадия:

фотометрический (от 0,005 до 0,5% V);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 0,5% V).

Фотометрический метод определения ванадия

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, окислении ванадия до пятивалентного марганцевокислым калием, образовании желтой фосфорно-вольфрамованадиевой гетерополикислоты, ее экстракции изобутиловым спиртом и измерении оптической плотности экстракта при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод определения ванадия

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции ванадия при заданной длине волны в пламени ацетилен – закись азота.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 11739.5–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов.

Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю ванадия в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 11739.5–90 формулам.

Определение железа

Методы устанавливают правила определения содержания железа в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.6–9).

Описаны следующие методы при массовой доле железа:

фотометрический (от 0,01 до 2,0% Fe);

атомно-абсорбционный (от 0,005 до 2,0% Fe).

Фотометрический метод определения железа

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты или растворе гидроксида натрия, восстановлении трехвалентного железа с 1,10-фенантролином или 2,2-дипоридилом при определенном pH и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны. Мешающее влияние меди, цинка, никеля устраняют введением избыточного количества реагента.

Аппаратура: спектрометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод определения железа

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода и измерении атомной абсорбции железа при определенной заданной длине волны в пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для железа.

В ГОСТ 11739.6–99 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю железа в процентах вычисляют для обоих методов по формулам, приведенным в ГОСТ 11739.6–99.

Определение кремния

Методы устанавливают правила определения кремния в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.7–99).

Описаны следующие методы при массовой доле кремния:

фотометрический (от 0,02 до 1,0% Si);

гравиметрический (от 0.3 до 25,0% Si);

атомно-абсорбционые (от 0,10 до 1,0% и от 1,0 до 25,0% Si).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе гидроокиси натрия в присутствии пероксида водорода, образовании желтой формы кремнемолибденовой кислоты при определенном pH, восстановлении ее аскорбиновой кислотой или 1-амино-2-нафтол-4-сульфокислотой до синей формы кремнемолибденовой кислоты и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на разложении пробы гидроксидом натрия в присутствии пероксида водорода, образовании нерастворимой кремниевой кислоты после выпаривания с хлорной или серной кислотами, прокаливании отфильтрованного осадка при температуре 1100 °С, удалении образовавшегося диоксида кремния с помощью фтористоводородной кислоты, взвешивании осадка и вычислении массовой доли кремния по разности масс.

Аппаратура: муфельная печь.

Атомно-абсорбционный метод (от 0,1 до 1,0% Si)

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии азотной кислоты, образовании фторидного комплекса кремния при комнатной температуре и измерении атомной абсорбции кремния при заданной длине волны в пламени ацетилен – закись азота.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для кремния.

Атомно-абсорбционный метод (от 1,0 до 25,0% Si)

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе гидроксида натрия и измерении атомной абсорбции кремния при заданной длине волны в пламени ацетилен – закись азота.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для кремния.

В ГОСТ 11739.7–99 для всех методов анализа приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю кремния в процентах вычисляют по градуировочным графикам и формулам, приведенным в ГОСТ 11739.7–99.

Определение калия

Пламенно-фотометрический метод устанавливает правила определения содержания калия в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.8–90) при массовой доле калия от 0,001 до 0,05%.

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и последующем измерении интенсивности излучения при заданной длине волны в пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: фотометр пламенный или спектрофотометр атомно-абсорбционный, работающий в режиме эмиссии.

В ГОСТ 11739.8–90 приведены составы реактивов и растворов с указанием сооветствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю калия в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 11739.8–90 формуле.

Определение кадмия

Методы устанавливают правила определения содержания кадмия в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах в соответствии с ГОСТ 11739.9–90).

Описаны следующие методы при массовой доле кадмия:

полярографический (от 0,005 до 1,0% Cd);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 1,0% Cd).

Полярографический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и полярографировании кадмия при потенциале восстановления на фоне хлоридно-аммиачного раствора и раствора сернистого натрия.

Цинк, медь и никель не мешают определению кадмия. При массовой доле кадмия менее 0,01% в присутствии меди при ее массовой доле более 1% последнюю отделяют электролизом.

Аппаратура: полярограф универсальный или переменно-токовый.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции кадмия при заданной длине волны в пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 11739.9–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю кадмия в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 11739.9–90 формулам.

Определение лития

Пламенно-фотометрический метод устанавливает правила определения содержания лития при его массовой доле от 0,05 до 3,0% в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ11739.10–90).

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и последующем измерении интенсивности излучения лития при заданной длине волны в пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: фотометр пламенный или спектрофотометр атомно-абсорбционный, работающий в режиме эмиссии.

В ГОСТ 11739.10–90 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСтов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю лития в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТе 11739.10–90 формулам.

Определение магния

Методы устанавливают правила определения содержания магния в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТом 11739.11–98).

Описаны следующие методы при массовой доле магния:

титриметрически (от 0,1 до 13,0% Mg);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 13,0% Mg).

Титриметрический метод определения магния

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе гидроксида натрия или в растворе соляной кислоты, отделении магния от мешающих компонентов гидроксидом натрия и диэтилдитиокарбаматом натрия, титровании магния раствором трилона Б с эриохромом черным Т в качестве индикатора.

Аппаратура: pH-метр.

Атомно-абсорбционный метод определения магния

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода и измерении атомной абсорбции магния при заданной длине волны в пламени ацетилен – воздух в присутствии хлористого стронция или в пламени ацетилен – закись азота.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционый с источником изучения для магния.

В ГОСТ 11739.11–98 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю магния для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 11739.11–98 формулам.

Определение марганца

Методы устанавливают правила определения содержания марганца в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.12–98).

Описаны следующие методы при массовой доле марганца:

фотометрический (от 0,005 до 2,0% Mn);

атомно-абсорбционный (от 0,005 до 2,0% Mn).

Фотометрический метод определения марганца

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе гидроксида натрия, окислении двухвалентного марганца до семивалентного в кислой среде иоднокислым калием и измерении оптической плотности раствора при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод определения марганца

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода и измерении атомной абсорбции марганца при определенной длине волны в пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для марганца.

В ГОСТ 11739.12–98 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю марганца в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 11739.12–98 формулам.

Определение меди

Методы устанавливают правила определения содержания меди в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.13–98)

Описаны следующие методы при массовой доле меди:

Электрогравиметрические (от 0,5 до 12% Cu);

фотометрический (от 0,002 до 0,8% Cu);

атомно-абсорбционный (от 0,005 до 8% Cu).

Электрогравиметрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси хлорной и азотной кислот, обезвоживании и коагуляции кремния, удалении его отгонкой в виде тетрафторида, электролитическом выделении меди из азотнокислой среды в присутствии восстновителя – сернокислого гидразина и ее взвешивании.

Аппаратура: установка для электролиза, снабженная устройством для перемешивания электролита, электроды Фишера сетчатые платиновые (ГОСТ 6563).

Электрогравиметрический метод ускоренного определения меди

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси азотной, фтористоводородной и серной кислот, электролитическом выделении меди и взвешивании.

Аппаратура: та же, что и в предыдущем случае.

Фотометрический метод

Суть метода: метод основан на растворении пробы в растворе серной кислоты, образовании при заданном pH синего комплексного соединения меди с купризоном и измерении оптической плотности раствора при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты и измерении атомной абсорбции меди при определенной длине волны в пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучния для меди.

В ГОСТ 11739.11–98 для всех методов приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю меди в процентах вычисляют по градуировочным графикам и по формулам, приведенным в ГОСТ 11739.13–98

Определение мышьяка

Метод устанавливает правила определения содержания мышьяка в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.14–99).

Описаны фотометрические методы при массовой доле мышьяка от 0,002 до 0,02% и от 0,002 до 0,04%.

Фотометрический метод (от 0,002 до 0,02% As)

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода, отделении мышьяка от других компонентов сплава отгонкой мышьяковистого водорода, образовании мышьяково-молибденовой гетерополикислоты, восстановлении ее до синей формы сернокислым гидразином в растворе серной кислоты и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод (от 0,002 до 0,04% As).

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, экстракции йодида мышьяка (III) четыреххлористым углеродом из раствора соляной кислоты, реэкстракции мышьяка (III) водой, окислении мышьяка (III) до мышьяка (V) йодом, образовании мышьяково-молибденового комплекса с восстановлением его аскорбиновой кислотой до мышьяково-молибденовой сини в присутствии катализатора – сурьмяновиннокислого калия и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 11739.14–99 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю мышьяка в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 11739.14–99 формулам.

Определение натрия

Метод устанавливает правила определения содержания натрия в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.15–99).

Описан фотометрический метод при массовой доле натрия от 0,0002 до 0,05%.

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и последующем измерении интенсивности излучения натрия при заданной длине волны в пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: фотометр пламенный или спектрофотометр, работающий в режиме эмиссии.

В ГОСТ 11739.15–99 приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описан порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю натрия в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 11739.15–99 формуле.

Определение никеля

Методы устанавливают правила определения содержания никеля в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.16–90).

Описаны следующие методы при массовой доле никеля:

гравиметрический (от 0,5 до 8,0% Ni);

фотометрический (от 0,005 до 3,0% Ni);

атомно-абсорбционный (от 0,005 до 8,0% Ni).

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот с последующим осаждением никеля диметилглиоксимом из аммиачного раствора, содержащего виннокислый аммоний, и взвешивании прокаленного осадка.

Аппаратура: печь муфельная, шкаф сушильный с терморегулятором.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте или гидроксиде натрия, маскировании алюминия винной кислотой, марганца – солянокислым гидроксиламином, отделении меди серноватистокислым натрием, образовании соединения никеля с диметилглиоксимом, экстракции его хлороформом, реэкстракции никеля соляной кислотой, образовании в слабоаммиачной среде комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителя и последующем измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр, шкаф сушильный с терморегулятором.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции никеля в пламени ацетилен–воздух при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 11739.16–90 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю никеля в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТ 11739.16–90 формулам.

Определение олова

Методы устанавливают правила определения содержания олова в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.17–90).

Описаны следующие методы при массовой доле олова:

фотометрический (от0,005 до 0,1% Sn);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 1,0% Sn).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе гидроксида натрия, образовании после нейтрализации раствора серной кислотой в водно-спиртовой среде оранжевого комплекса олова с фенилфлуороном, стабилизации его желатином и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Атомно-абсорбционный метод

Метод применяют для сплавов с массовой долей кремния не более 1%.

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции олова при заданной длине волны в пламени ацетилен – закись азота.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТе 11739.17–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов.

Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю олова в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 11739.17–90 формулам.

Определение свинца

Атомно-абсорбционный метод определения содержания свинца при его массовой доле от 0,01 до 1,5% устанавливает правила определения содержания свинца в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.18–90).

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии азотной кислоты и последующем измерении атомной абсорбции свинца при заданной длине волны в пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 11739.18–90 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю олова в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 11739.18–90 формуле.

Определение сурьмы

Методы устанавливают правила определения содержания сурьмы в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.19–90).

Распространяются на сплавы с массовой долей кремния не более 1%.

Описаны следующие методы при массовой доле сурьмы:

фотометрический (от 0,0002 до 0,01% Sb);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 0,3% Sb).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси соляной, азотной и серной кислот, образовании комплекса сурьмы в виде хлорантимоната с бриллиантовым зеленым, экстракции комплекса толуолом и измерении оптической плотности окрашенного в голубовато-зеленый цвет экстракта при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси соляной, азотной и серной кислот и последующем измерении атомной абсорбции сурьмы при заданной длине волны в окислительном пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 11739.19–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю сурьмы в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ11739.19–90 формулам.

Определение титана

Фотометрический метод определения титана при его массовой доле от 0,003 до 0,4% устанавливает правила определения содержания титана в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.20–99).

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты с добавкой пероксида водорода, устранении влияния железа (III) и ванадия (V) восстановлением аскорбиновой кислотой в присутствии сернокислой меди (II), образовании в растворе соляной кислоты 3 моль/дм^3 желтого комплексного соединения титана с диантипирилметаном и измерении оптической плотности раствора при определенной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 11739.20–99 приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описан порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю титана в процентах определяют по градуировочным графикам или по формулам, приведенным в ГОСТ 11739.20–99.

Определение хрома

Методы устанавливают правила определения содержания хрома в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСт 11739.21–90).

Описаны следующие методы при массовой доле хрома:

титриметрический (от 0,1 до 1,0% Cr);

фотометрический (от 0,05 до 1,0% Cr);

фотометрический (от 0,001 до 0,15% Cr);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 1,0% Cr).

Титриметрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси серной и азотной или в смесиортофосфорной, азотной и серной кислот, окислении хрома до шестивалентного надсернокислым аммонием в присутствии катализатора – азотнокислого серебра и титровании хромовой кислоты раствором сульфата закисного железа в присутствии фенилантраниловой кислоты или дифениламина в качестве индикатора.

Аппаратура: шкаф сушильный с терморегулятором.

Фотометрический метод (при массовой доле хрома 0,05 – 1,0%)

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси ортофосфорной, серной и азотной кислот, образовании после окисления хрома до шестивалентного надсернокислым аммонием розового комплекса с дифенилкарбазидом и последующем измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фотометрический метод (при массовой доле хрома 0,001 – 0,15%)

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе гидроксида натрия, образовании после нейтрализации раствора серной кислотой и окисления хрома до шестивалентного марганцевокислым калием розового комплекса с дифенилкарбазидом и последующем измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции хрома при заданной длине волны в восстановительном пламени ацетилен–воздух.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 11739.21–90 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю хрома в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТ 11739.21–90 формулам.

Определение редкоземельных элементов и иттрия

Методы устанавливают правила определения содержания РЗМ и иттрия в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.22–90).

Описаны следующие методы:

гравиметрический (при содержании РЗМ от 0,2 до 2,0%);

атомно-абсорбционный (при содержании иттрия от 0,1 до 2,0%).

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе гидроксида натрия, отделении алюминия, цинка, меди, никеля, кадмия, осаждении РЗМ щавелевой кислотой, прокаливании осадка до оксидов и их взвешивании.

Аппаратура: печь муфельная.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции иттрия при заданной длине волны в пламени ацетилен – закись азота.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 11739.22–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю иттрия в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 11739.22–90 формулам.

Определение циркония

Методы устанавливают правила определения содержания циркония в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.23–99).

Описаны следующие методы при массовой доле циркония:

фотометрические (от 0,002 до 0,25% и от 0,02 до 0,5% Zr);

титриметрический (от 0,5 до 3,0% Zr).

Фотометрический метод определения циркония с арсеназо III (от 0,002 до 0,25% Zr)

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, образовании в растворе соляной кислоты окрашенного в синий цвет комплекса циркония с арсеназо III и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр, pH-метр.

Фотометрический метод определения циркония с ксиленоловым оранжевым (от 0,02 до 0,5% Zr)

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, образовании в растворе соляной кислоты окрашенного в оранжево-красный цвет комплеса циркония с ксиленоловым оранжевым и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и титровании циркония в растворе соляной кислоты трилоном Б с индикатором ксиленоловым оранжевым. Мешающее вляние железа (III) устраняют введением гидрохлорида гидроксиламина.

Аппаратура: печь муфельная.

В ГОСТ 11739.23–99 для всех методов приведены составы реактивов и растворов (с указанием соответствующих ГОСТов). Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю циркония вычисляют по приведеным в ГОСТ 11739.23–99 формулам.

Определение цинка

Методы устанавливают правила определения содержания цинка в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.24–98).

Описаны следующие методы при массовой доле цинка:

титриметрический (от 0,1 до 12,0% Zn);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 6,0% Zn).

Титриметрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода, отделении цинка от мешающих компонентов ионным обменом на сильноосновной смоле, титровании цинка раствором трилона Б с дитизоном или ксиленоловым оранжевым в качестве индикатора.

Аппаратура: pH-метр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода и измерении объемной абсорбции цинка в пламени ацетилен – воздух при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбцонный с источником излучения для цинка.

В ГОСТ 11739.24–98 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов (с указанием сответствющих ГОСТов). Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю цинка вычисляют по приведеной в ГОСТ 11739.24–98 формуле.

Определение скандия

Методы устанавливают правила определения содержания скандия в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.25–90).

Описаны следующие методы при массовой доле скандия:

фотометрический (от 0,02 до 2,0% Sc);

пламенно-фотометрический (от 0,1 до 5,0% Sc).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, образовании разнометалльного комплекса скандий – молибден – арсеназо III, окрашенного в синий цвет, и фотометрировании при заданной длине волны. Окраска комплекса устойчива в течение суток.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Пламенно-фотометрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и последующем измерении интенсивности излучения скандия при заданной длине волны в пламени ацетилен – закись азота.

Аппаратура: фотометр пламенный или спектрофотометр атомно-абсорбционный, работающий в режиме эмиссии.

В ГОСТ 11739.25–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю скандия в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 11739.25–90 формулам.

Определение галлия

Методы устанавливают правила определения содержания галлия в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 11739.26–90).

Описаны следующие методы при массовой доле галлия:

фотометрический (от 0,001 до 0,1% Ga);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 1,0% Ga).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты, экстракции галлия бутилацетатом из солянокислого раствора, его реэкстракции водой, образовании розового комплекса галлия с родамином С, экстракции комплекса смесью бензола с бутилацетатом и измерении оптической плотности экстракта при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции галлия при заданной длине волны в пламени ацетилен – закись азота.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 11739.26–90 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Массовую долю галлия в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСт 11739.26–90 формулам.

Спектральный анализ алюминиевых сплавов

Спектральные методы устанавливают правила и порядок определения содержания легирующих элементов в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 7727–81).

Определяют: медь, магний, марганец, железо, кремний, титан, цинк, ванадий, литий, кадмий, бериллий, никель, хром, цирконий, церий, натрий, свинец, олово, сурьму, мышьяк, бор.

Содержание легирующих элементов и примесей в сплавах определяют по градуировочным графикам, построенным для стандартных образцов (СО), соответствующих требованиям ГОСТ 8315–81.

В ГОСТ 7727–81 приведены номера стандартных образцов.

Для градуирования приборов используют два метода: метод трех эталонов и метод контрольного эталона.

Регистрация спектров – фотографическая или фотоэлектрическая.

Для определения массовой доли элементов описаны правила построения градуировочных графиков.

Отбор проб для анализа производят по нормативно-технической документации.

Проверку правильности определения массовой доли элементов проводят по контрольным пробам, сравнивая результаты спектрального анализа с результатами анализа, выполненного химическими методами по ГОСт 11739.1–11739.24.

Описаны следующие методы спектрального анализа.

Фотографический метод

Суть: метод основан на возбуждении спектра сплава дуговым или искровым разрядом с последующей регистрацией его на фотопластинке с помощью спектрографа.

Аппаратура: спектрограф с кварцевой оптикой типа ИСП-30; искровой генератор типов ИГ-3, ИВС-23, ДГ-2, ИВС-28.

В ГОСТ 7727–81 приведены составы реактивов и материалы, необходимые для анализа с указанием соответствующих ГОСТов. Условия

проведения анализа фотографическим методом для различных сплавов приведены в табл. 1 ГОСТ 7727–81.

Проверку точности анализов проводят химическими методами по ГОСТам, указанным выше.

Фотоэлектрический метод

Суть: метод основан на возбуждении спектра дуговым или искровым разрядом с регистрацией интенсивности спектральных линий с помощью фотоэлектрической установки.

Аппаратура: фотоэлектрическая установка (квантометр) типов ДФС-10М, ДФС-36, МФС-4, МФС-8; генератор типов ИГ-3, ГЭУ-1, ИВС-28, «Аркус».

Допускается применение другой аппаратуры при условии получения метрологических характеристик, предусмотренных настоящим ГОСТ.

В табл. 5 ГОСТ 7727–81 даны длины волн аналитических спектральных линий для определения элементов и диапазоны определяемых массовых долей этих элементов.

В этом же ГОСТе приведены материалы, необходимые для проведения анализов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описана технология проведения анализов этими методами.

10.6. Сплавы магниевые. Определяют алюминий, марганец, цинк, индий, цирконий, кадмий, кальций, кремний, лантан, литий, калий, медь, натрий, неодим, никель, редкоземельные элементы + церий, серебро, титан, хлор, железо, бериллий

Общие требования к методам анализа магниевых сплавов

ГОСТ 3240.0–76 распространяется на магниевые сплавы и устанавливает общие требования к методам анализа.

Отбор проб производят в соответствии с требованиями ГОСТ 2581–71.

Для каждого метода должны быть указаны соответствующая аппаратура и приспособления.

Для реактивов, растворов и необходимых материалов должны быть указаны соответствующие ГОСТы.

При описании каждого метода должен быть описан порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Определение алюминия

Методы устанавливают правила определения содержания алюминия в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.1–76).

Описаны следующие методы при содержании алюминия:

титриметрический (от 0,5 до 12% Al);

фотоколориметрический (от 0,003 до 0,4% Al);

атомно-абсорбционный (от 0,5 до 12% Al).

Титриметрический метод

Суть: метод основан на выделении алюминия из раствора с добавлением бензойнокислого аммония. После растворения осадка в соляной кислоте алюминий связывают при нагревании раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б), которую прибавляют с избытком. Избыток раствора трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка, применяя в качестве индикатора ксиленоловый оранжевый.

Фотоколориметрический метод

Суть: метод основан на образовании алюминием с эриохромцианином комплексного соединения, окрашенного в малиново-красный цвет. Окрашенный раствор фотометрируют при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр типа СФ-4А или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на использовании атомно-абсорбционного спектрофотометра, работающего на газовой смеси ацетилен – закись азота, с измерением поглощения света в области тезонансной линии алюминия.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 3240.1–76 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание алюминия в процентах для первых двух методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 3240.1–76 формулам, для третьего метода содержание алюминия в процентах определяют по градуировочному графику.

Определение марганца

Методы устанавливают правила определения содержания марганца в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.2–76).

Описаны следующие методы при содержании марганца:

титриметрический (от 0,2 до 3,0% Mn);

фотометрический (от 0,01 до 0,2% Mn);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 3,0% Mn).

Титриметрический метод

Суть: метод основан на окислении марганца надсернокислым аммонием в присутствии катализатора до семивалентного состояния и титровании раствором арсенитно-нитритной смеси.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием с измерением оптической плотности полученного перманганат-иона при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр типа СФ-4А или фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56, ФЭК-60.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении интенсивности резонансной линии марганца с применением атомно-абсорбционного спектрофотометра, работающего на газовой смеси ацетилен–воздух.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 3240.2–76 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соттветствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание марганца в процентах для первых двух методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 3240.2–76 формулам, для третьего метода содержание марганца в процентах определяют по градуировочному графику.

Определение цинка

Методы устанавливают правила определения содержания цинка в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.3–76).

Описаны следующие методы:

полярографический (при содержании цинка от 0,02 до 8,0%);

атомно-абсорбционный (при содержании цинка от 0,02 до 8,0%).

Полярографический метод

Суть: метод основан на полярографировании цинка в аммиачной среде.

Аппаратура: полярограф типа ОП или другой, обеспечивающий заданную чувствительность.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на определении содержания цинка по резонансной линии цинка с применением атомно-абсорбционного спектрофотометра, работающего на газовой смеси ацетилен–воздух.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 3240.3–76 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки и технология проведения анализов.

Обработка результатов. Содержание цинка в процентах для полярографического метода вычисляют по приведенным в ГОСТ 3240.3–76 формулам, для атомно-абсорбционного метода определяют по градуировочному графику.

Определение индия

Метод устанавливает правила определения содержания индия в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.4–76).

Полярографический метод (при содержании индия от 0,05 до 2,0%)

Суть: метод основан на восстановлении индия на ртутном капающем электроде при потенциале восстановления от –0,4 до –0,6 В.

Аппаратура: электронный полярограф типа ОП или другого типа, обеспечивающий заданную чувствительность.

В ГОСТе приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание индия в процентах вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 3240.4–76, или по градуировочному графику.

Определение циркония

Методы устанавливают правила определения содержания циркония в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.5–76).

Описаны следующие методы при содержании циркония:

титриметрический (от 0,1 до 1,5% Zr);

фотометрический (от 0,0005 до 0,01% Zr).

Титриметрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и титровании циркония раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты.

Фотоколориметрический метод

Суть: метод основан на образовании цирконием с реагентом ксиленоловым оранжевым комплексного соединения, окрашивающего раствор в красный цвет. Определение циркония проводят в кислых растворах фотометрическим методом при заданной длине волны.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 3240.5–76 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание циркиния в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСт 3240.5–76 формулам.

Определение кадмия

Методы устанавливают правила определения содержания кадмия в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.6–76).

Описаны следующие методы при содержании кадмия:

полярографический (от 0,02 до 2,0% Cd);

атомно-абсорбционный (от 0,02 до 2,0% Cd).

Полярографический метод

Суть: кадмий определяют осциллополярографическим методом в аммиачной среде при потенциалах восстановления от –0,6 до –0,8 В. Остальные компоненты магниевых сплавов определению не мешают.

Аппаратура: осциллографический полярограф типа ОП-2 или другой аналогичный прибор.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении оптической плотности в области резонансной линии кадмия с использованием атомно-абсорбционного спектрометра, работающего на газовой смеси ацетилена с воздухом.

Аппаратура. атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Приведены для обоих методов составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание кадмия в процентах для полярографического метода вычисляют по приведенным в ГОСТ 3240.6–76 формулам, для атомно-абсорбционного метода находят по градуировочному графику.

Определение кальция

Пламенно-фотометрический метод устанавливает правила определения содержания кальция в магниевых сплавах в диапазоне от 0,01 до 0,2% (в соответствии с ГОСТ 3240.7–76).

Суть: метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, добавлении раствора 8-оксихинолина для подавления гашения излучения кальция и измерении интенсивности молекулярной полосы оксида кальция, возбуждающейся в ацетилено-воздушном пламени.

Аппаратура: фотометр пламени или спектрофотометр.

В ГОСТ 3240.7–76 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание кальция в процентах определяют по градуировочному графику.

Определение кремния

Фотометрический метод устанавливает правила определения содержания кремния в магниевых сплавах в диапазоне от 0,003 до 0,6% (в соответствии с ГОСТ 3240.8–76).

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения кремния с молибденовокислым аммонием с последующим восстановлением комплекса аскорбиновой кислотой. Окрашенный раствор фотометрируют при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр, снабженный стеклянным электродом.

В ГОСТ 3240.8–76 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны подготовка к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание кремния в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 3240.8–76 формулам.

Определение лантана

Методы устанавливают правила определения содержания лантана в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.9-76).

Описаны следующие методы при содержании лантана:

пламенно-фотометрический (от 0,5 до 2,0% La);

фотометрический (от 0,2 до 2,0% La).

Пламенно-фотометрический метод

Суть: метод основан на измерении интенсивности молекулярной полосы оксида лантана, возбуждающейся в ацетилено-воздушном пламени. Гашение излучения оксида лантана в присутствии магния–цинка подавляют введением в анализируемые растворы азотнокислого аммония.

Аппаратура: спектрофотометр пламенный.

Фотометрический метод

Суть: лантан образует с арсеназо III комплексное соединение, окрашенное в малиново-красный цвет. Для устранения мешающего влияния железа, меди и остатков алюминия вводят тиомочевину и сульфосалициловую кислоту. Для связывания циркония в комплекс добавляют фениларсоновую кислоту. Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре или спектрофотометре при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр типа СФД-2 или СФ-4А или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

В ГОСТ 3240.9–76 приведены составы растворов и реактивов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание лантана в процентах для пламенно-фотометрического метода определяют по градуировочному графику, для фотометрического метода – по формуле, приведенной в ГОСТ 3240.9–76.

Определение лития

Пламенно-фотометрический метод устанавливает правила определения содержания лития в магниевых сплавах в диапазоне от 10 до 25% Li (в соответствии с ГОСТ 3240.10–76).

Суть: метод основан на измерении интенсивности резонансной линии лития, возбуждающейся в пламени ацетилен–воздух. Для устранения эффекта частичного гашения излучения лития в градуировочные растворы в соответствующих количествах вводят раствор хлорида магния и соляную кислоту.

Аппаратура: фотометр пламенный или спектрофотометр.

В ГОСТ 3240.10–76 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание лития в процентах определяют по градуировочному графику.

Определение калия

Пламенно-фотометрический метод устанавливает правила определения содержания калия в магниевых сплавах в диапазоне от 0,002 до 0,02% (в соответствии с ГОСТ 3240.11–76).

Суть: метод основан на измерении интенсивности резонансной атомной линии калия, возбуждающейся в ацетилено-воздушном пламени. Для устранения эффекта частичного гашения эмиссии калия в присутствии основы сплава, а также кислот, применяющихся для разложения пробы, последние в соответствующих количествах вводят в градуировочные растворы.

Аппаратура: фотометр пламенный или спектрофотометр.

В ГОСТ 3240.11–76 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание калия в процентах находят по градуировочному графику.

Определение меди

Методы устанавливают правила определения содержания меди в магниевых сплавах в дипазоне от 0,001 до 0,8% Cu (в соответствии с ГОСТ 3240.12–76).

Описаны фотометрический и атомно-абсорбционный методы.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании комплексного соединения меди с биоацетальдегидоксалилдигидразоном и фотометрировании интенсивности окраски полученного комплексного соединения, окрашенного в фиолетовый цвет, при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении в области резонансной линии меди оптической плотности ацетилено-воздушного пламени, в которое введен аэрозоль содержащего медь раствора.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 3240.12–76 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание меди в процентах для фотометрического метода, вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 3240.12–76, атомно-абсорбционного метода устанавливают по градуировочному графику.

Определение натрия

Пламенно-фотометрический метод устанавливает правила определения содержания натрия в магниевых сплавах в диапазоне от 0,001 до 0,05% Na (в соответствии с ГОСТ 3240.13–76).

Суть: метод основан на измерении интенсивности резонансного дуплета натрия, возбуждающегося в ацетилено-воздушном пламени.

Аппаратура: фотометр пламенный или спектрофотометр.

D UJCN 3240.13–76 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание натрия в процентах определяют по градуировочному графику.

Определение неодима

Спектрографический метод устанавливает правила определения содержания неодима в магниевых сплавах в диапазоне от 1,0 до 5,0% (в соответствии с ГОСТ 3240.14–76).

Суть: метод основан на измерении оптической плотности солянокислых растворов, содержащих аква-ионы неодима.

Аппаратура: спектрофотометр.

В ГОСТ 3240.14–76 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание неодима в процентах определяют по градуировочному графику.

Определение никеля

Методы устанавливают правила определения содержания никеля в магниевых сплавах в диапазоне от 0,0005 до 0,4% Ni экстракционно-фотометрическими методами (в соответствии с ГОСТ 3240.15–76).

Фотометрический метод определения никеля (от 0,01 до 0,4% Ni)

Суть: метод основан на образовании соединения никеля с диметилглиоксимом, которое экстрагируют хлороформом. Диметилглиоксимат никеля фотометрируют при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр типа СФ-4А или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Фотометрический метод определения никеля с реагентом а-фурилдиокимом (от 0,0005 до 0,25% Ni).

Суть: метод основан на образовании а-фурилдиоксимом с ионами никеля труднорастворимого в воде комплексного соединения, которое хорошо экстрагируется хлороформом. Оптическую плотность соединения измеряют при заданной длине волны.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, РН-метр типа ЛПУ-01 или другого типа.

В ГОСТ 3240.15–76 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание никеля в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 3240.15–76 формулам.

Определение содержания суммы
редкоземельных элементов и церия

Методы устанавливают правила определения содержания суммы редкоземельных элементов и церия в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.16–76)

Описаны следующие методы:

весовой (при содержании РЗМ от 0,3 до 5,0%);

объемный (при содержании церия от 0,1 до 1,5%).

Суть: методы основаны на отделении редкоземельных элементов и церия от основной массы магния раствором тетраборнокислого натрия в присутствии хлористого аммония. Гидраты оксидов металлов растворяют в соляной кислоте и выделяют оксалаты редкоземельных элементов.

Определение заканчивают прокаливанием оксалатов до получения оксидов. Если в сплаве содержится церий, то осадок после прокаливания растворяют в кислоте, церий окисляют до четырехвалентного состояния и титруют раствором сернокислого закисного железа.

В ГОСТ 3240.16–76 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание суммы редкоземельных элементов и церия в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 3240.16–76 формулам.

Определение серебра

Методы устанавливают правила определения содержания серебра в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.17–76).

Описаны титриметрический и атомно-абсорбционный методы при содержании серебра от 0,5 до 2,0%.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на образовании серебром с роданидом аммония труднорастворимой соли белого цвета. Первая лишняя капля раствора роданида аммония реагирует с железоаммонийными квасцами, образуя роданид железа красного цвета.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении оптической плотности ацетилено-воздушного пламени, в которое введен аэрозоль растворов, содержащих серебро, в области резонансной линии серебра.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 3240.17–76 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание серебра в процентах для титриметрического метода, вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 3240.17–76, для атомно-абсорбционного метода, устанавливают по градуировочному графику.

Определение титана

Фотометрический метод устанавливает правила определения содержания титана в магниевых сплавах в диапазоне от 0,001 до 0,02% (в соответствии с ГОСТ 3240.18–76).

Суть: метод основан на взаимодействии в солянокислой среде титана с диантипирилметаном с образованием золотисто-желтого комплексного соединения, интенсивность окраски которого пропорциональна содержанию титана. Мешающее влияние железа устраняют добавлением аскорбиновой кислоты.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

В ГОСТ 3240.18–76 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание титана в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 3240.18–76 формулам.

Определение хлора

Фотонефелометрический метод устанавливает правила определения содержания хлора в диапазоне от 0,02 до 0,01% (в соответствии с ГОСТ 3240.19–76).

Суть: метод основан на образовании мелкодисперсного золя хлорида серебра при взаимодействии ионов хлора с раствором нитрата серебра. Образующийся мутный золь обладает оптическим свойством рассеивать свет твердыми частицами в различных направлениях. Интенсивность рассеянного света измеряют на фотонефелометре.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

В ГОСТ 3240.19–76 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание хлора в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 3240.19–76 формулам.

Определение железа

Методы устанавливают правила определения содержания железа в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.20–76).

Описаны следующие методы при содержании железа:

фотометрический (от 0,001 до 0,2% Fe);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 0,2% Fe).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на восстановлении железа до двухвалентного гидроксиламином. Ионы двухвалентного железа образуют с ортофенантролином соединение, окрашенное в красный цвет. Интенсивность окраски измеряют при заданной длине волны.

Аппаратура. Спектрофотометр или фотоколориметр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении оптической плотности в области резонансной линии железа с применением спектрофотометра, работающего на газовой смеси ацетилена с воздухом.

Аппаратура: спектрофотометр атомно-абсорбционный.

В ГОСТ 3240.20–76 приведены составы реактивов и растворов для обоих методов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализам и технология их проведения.

Обработка результатов. Содержание железа в процентах для фотометрического метода, вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 3240.20–76, для атомно-абсорбционного метода, устанавливают по градуировочному графику.

Определение бериллия

Люминесцентный метод устанавливает правила определения содержания бериллия в диапазоне от 0,0001 до 0,015% в магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 3240.21–76).

Суть: метод основан на образовании комплекса бериллия с морином, флюоресцирующего зеленым цветом. Использование флюориметров для измерения интенсивности флюоресценции позволяет построить градуировочный график.

Аппаратура: флюориметр типа КФЛ-2 – 1 или ИСП 51Ф с приставкой ФЭП-1 с осветителем типа ОИ 18.

В ГОСТ 3240.21–76 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание бериллия в процентах вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 3240.21–76.

Спектральный анализ магниевых сплавов

Методы устанавливают правила и порядок проведения спектрального анализа определения содержания основных легирующих элементов и примесей (алюминия, марганца, цинка, бериллия, меди, кремния, железа, никеля, циркония, неодима, кальция, церия, лантана, лития, иттрия, празеодима, кадмия и индия) в литейных и деформируемых магниевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 7728–79).

Содержание легирующих компонентов и примесей в сплавах определяют по градуировочным графикам, которые строят с использованием стандартных образцов (СО). Предусматривается использование двух методов градуировки приборов: метод трех эталонов и метод контрольного эталона.

Регистрация спектра – фотографическая и фотоэлектрическая.

Описаны фотографический и фотоэлектрический методы.

Фотографический метод

Суть: метод основан на возбуждении спектра дуговым или искровым разрядом с последующей регистрацией его на фотопластине с помощью спектрографа.

Аппаратура: спектрограф с кварцевой оптикой средней дисперсии типа ИСП-30 и спектрограф типа ДФС-13.

Источники света: искровой генератор типа ИГ-3 или ИВС-23 и дуговой – типа ДГ-2 или ИВС-28.

Микрофотометр типа МФ-2 или ИФО-460.

Фотоэлектрический метод

Суть: метод основан на возбуждении спектра сплава дуговым или искровым разрядом с регистрацией интенсивности линий с помощью фотоэлектрической установки.

Аппаратура: установка фотоэлектрическая (квантометр) типов ДФС-10м, ДФС-36, МФС-4, МФС-8.

Подробно описана технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов. Содержание легирующих компонентов и примесей для обоих методов определяют с использованием градуировочных графиков.

10.7. СПЛАВЫ МЕДНОЦИНКОВЫЕ. Определяют медь, свинец, железо, марганец, олово, сурьму, висмут, мышьяк, серу, алюминий, никель, кремний, фосфор, цинк

Определение меди

Методы устанавливают правила определения содержания меди в медноцинкоых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.1–77 с учетом ГОСТов 15527–70, 17711–80, 1020–77 и ИСО 1554-76).

Описаны следующие методы:

гравиметрический электролитический;

титриметрический.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на электролитическом выделении меди при заданных плотности тока и напряжении и взвешивании выделившегося на катоде осадка меди. Медь, оставшуюся в электролите, определяют фотометрически с купризоном или атомно-абсорбционным методом в пламени ацетилен – воздух.

Аппаратура: электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75; фотоколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями; атомно-абсорбционный спектрофотометр со всеми принадлежностями и лампой с полым катодом для меди.

В ГОСТ 1652.1–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих олова, свинца и кремния;

для сплавов, содержащих кремний;

для сплавов, содержащих олово;

для сплавов с массовой долей свинца от 0,5 до 3%.

Изложены дополнительно:

универсальный метод растворения для всех марок медноцинковых сплавов;

фотометрическое определение остаточной меди;

метод атомно-абсорбционного определения меди.

Титриметрический йодометрический метод определения меди в сплавах с массовой долей железа не более 0,1% и кремния не более 0,2%

Суть: метод основан на восстановлении меди (II) до меди (I) йодидом калия и титровании выделившегося йода раствором серноватисто-кислого натрия.

В ГОСТ 1652.1–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых

для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов: массовую долю меди в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 1652.1–77 формулам.

Для контроля точности результатов определения меди используют Государственные стандартные образцы (ГСО), номера которых приведены в ГОСТ 1652.1–77, а также Государственные образцы, выполненные по ГОСТ 8.315–97.

Определение свинца

Методы устанавливают правила определения содержания свинца в медно-цинковых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.2–77 с учетом ГОСТов 15527–79, 17711–80, 1020–77 и ИСО 4749-84).

Описаны следующие методы:

титриметрический (при массовой доле свинца от 0,5 до 4,5%);

электрогравиметрический (при массовой доле свинца от 0,5 до 4,5%);

полярографический (при массовой доле свинца от 0,001 до 0,5%);

фотометрический (при массовой доле свинца от 0,005 до 0,5%);

атомно-абсорбционный (при массовой доле свинца от 0,005 до 4,5%).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086-87 с дополнением по ГОСТ 1652.1-77, п. 1.1.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на титровании свинца при pH 5,5–6,0 раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора до перехода окраски из фиолетовой в желтую

В ГОСТ 1652.2–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления растворов, необходимых для анализа. Подробно описан порядок подготовки к анализу и технология его проведения:

для сплавов, не содержащих кремния;

для сплавов, содержащих кремний.

Полярографический метод

Суть: метод основан на предварительном отделении свинца от основных металлов соосаждением с гидроксидом железа в аммиачном растворе с последующим определением содержания свинца полярографическим методом.

Аппаратура: любой полярограф переменного тока; ячейка полярографическая с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

В ГОСТ 1652.2–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описан порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа:

для всех сплавов, кроме кремнистых;

для кремнистых сплавов.

Фотометрический метод определения свинца

Суть: метод основан на экстракции свинца из щелочной тартратной среды хлороформом в виде диэтилдитиокарбамината, замещении в экстракте свинца медью, встряхивании экстракта с избытком водного раствора сернокислой меди и измерении оптической плотности полученного хлороформного раствора диэтилдитиокарбамината меди.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.2–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте или в смеси азотной и соляной кислот и измерении атомной абсорбции свинца в пламени ацетилен–воздух при заданной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр; лампа с полым катодом или другой источник резонансного излучения для свинца.

В ГОСТ 1652.2–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих олова и кремния;

для сплавов, содержащих олово;

для сплавов, содержащих кремний.

Электрогравиметрический метод

Суть: метод основан на выделении свинца электролитически в виде его диоксида на аноде и взвешивании выделившегося осадка диоксида свинца.

Аппаратура: электролизная установка постоянного тока; платиновые сетчатые электроды по ГОСТ 6563–75.

В ГОСТ 1652.2–77 описана технология проведения анализа:

для сплавов, не содержащих олова;

для сплавов, содержащих олово.

Обработка результатов: массовую долю свинца в процентах вычисляют для всех методов исследования по приведенным в ГОСТ 1652.2–77 формулам.

Контроль точности результатов определения свинца проводят по государственным образцам. Допускается проводить контроль сопоставлением результатов, полученных электрогравиметрическим и атомно-абсорбционным методами на параллельных навесках от контрольной пробы.

Определение железа

Методы устанавливают правила определения содержания железа в медноцинковых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.3–77 с учетом ГОСТов 15527–79, 17711–80, 1020–77 и ИСО 1812-76, ИСО 4748-84).

Описаны следующие методы при массовой доле:

титриметрический комплексонометрический (от 1 до 5% Fe);

фотометрический (от 0,01 до 2% Fe);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 2% Fe).

Общие требования к методfv анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1–77.

Титриметрический комплексонометрический метод

Суть: метод основан на титровании трехвалентного железа раствором трилона Б с применением сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора.

В ГОСТ 1652.3–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа этим методом.

Фотометрический метод определения железа

Суть: метод основан на образовании железом окрашенного комплекса с 1,10-фенантролином или а,а'-дипиридилом при pH 5 в присутствии уксуснокислого натрия и солянокислого гидроксиламина после выделения железа осаждением с гидроксидом алюминия.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.3–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих кремния и олова;

для сплавов, содержащих кремний;

для сплавов, содержащих олово.

Фотометрический метод с сульфосалициловой кислотой

Суть: метод основан на образовании желтого комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде после выделения его соосаждением с гидроксидом алюминия или лантана и измерении оптической плотности раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 1652.3–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, содержащих до 0,05% кремния;

для сплавов, содержащих кремний свыше 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод определения железа

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот и измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен – воздух, используя излучение с определенной длиной волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр; лампа с полым катодом для железа.

В ГОСТ 1652.3–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания железа.

Обработка результатов. Массовую долю железа в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 1652.3–77 формулам.

Для контроля точности результатов определения железа используют государственные стандартные образцы, прошедшие все этапы анализа.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим методами на параллельных навесках от контрольной пробы.

Определение марганца

Методы устанавливают правила определения содержания марганца в медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.4–77 с учетом ГОСТ 15527–79, 17711–80, 1020–77).

Описаны следующие методы при массовой доле марганца:

титриметрический (от 0,5 до 5% Mn);

фотометрический (от 0,01 до 4% Mn);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 4% Mn).

Общие требования к методfv анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п.1.1 ГОСТ 1652.1–77.

Титриметрический персульфатный метод

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного надсернокислым аммонием в кислой среде в присутствии катализатора – азотнокислого серебра и титровании семивалентного марганца раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания раствора или солью Мора с потенциометрическим установлением конечной точки титрования или визуальным с использованием фенилантраниловой кислоты в качестве индикатора.

Аппаратура: потенциометр типа ЛПМ-69М; электроды платиновый и азотносеребряный.

В ГОСТ 1652.4–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых

для анализа растворов. Подробно описан порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, содержащих не более 0,2% Si;

для сплавов с массовой долей свыше 0,2% Si.

Фотометрический периодатный метод

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного в кислой среде периодатом калия и измерении плотности фиолетовой окраски образовавшегося перманганата-иона.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.4–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, содержащих олово и кремний;

для сплавов, не содержащих олова и кремния.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот или в присутствии кремния в азотной и фтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции марганца в пламени ацетилен – воздух с использованием излучения с определенной заданной длиной волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр; лампа с полым катодом для марганца.

В ГОСТ 1652.4–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа:

для сплавов, содержащих кремний до 0,05%;

для сплавов, содержащих кремний свыше 0,05%.

Описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания марганца.

Обработка результатов: массовую долю марганца в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 1652.4–77 формулам для всех методов анализа.

Для контроля точности результатов анализа используют государственные стандартные образцы , прошедшие все этапы анализа.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим методами на параллельных навесках от контрольной пробы.

Определение олова

Методы устанавливают правила определения содержания олова в медноцинковых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.5–77 с учетом ГОСТов 15527–70, 17711–80, 1020–77 и ИСО 4751-84)

Описаны следующие методы при массовой доле олова:

фотометрические (от 0,001 до 0,7% и от 0,005 до 0,5% Sn);

полярографический (от 0,001 до 0,5% Sn);

титриметрический (от 0,05 до 5% Sn).

атомно-абсорбционный (от 0,005 до 2% Sn);

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1–77.

1. Фотометрический метод определения содержания олова с кверцетином.

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения олова с кверцетином, экстрагируемого н-бутиловым спиртом из солянокислого раствора. Мешающее влияние меди и железа устраняют прибавлением тиомочевины.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.5–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа этим методом:

без предварительного выделения олова соосаждением с гидроксидом железа;

с предварительным выделением олова соосаждением с гидроксидом железа.

2. Фотометрический метод определения содержания олова с фенилфлуороном

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной или в азотной и фтористоводородной кислотах, выделении олова на гидратированный диоксид марганца из среды 2М азотной кислоты, фотометрическом определении его в виде комплекса с фенилфлуороном в присутствии аскорбиновой и лимонной кислот, маскирующих железо (III) и сурьму, и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.5–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа этим методом для сплавов, содержащих кремний до 0,05% и свыше 0,05%.

Полярографический метод определения олова

Суть: метод основан на отделении олова соосаждением с гидроксидом бериллия в аммиачном растворе, содержащем трилон Б, с последующим полярографическим определением олова на солянокислом фоне. Потенциал полуволны (пика) восстановления олова около –0,45 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Аппаратура: полярограф переменного тока со всеми принадлежностями; полярографическая ячейка с выносным катодом (насыщенный каломельный элемент) и ртутным капающим катодом.

В ГОСТ 1652.5–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления растворов,

необходимых для анализа. Описана технология проведения анализа этим методом.

Титриметрический метод определения олова

Суть: метод основан на отделении олова от меди и цинка соосаждением с гидроксидом железа, восстановлении четырехвалентного олова до двухвалентного металлическим свинцом, или алюминием, или фосфорноватистокислым натрием, или кальцием и титровании двухвалентного олова раствором иода в присутствии крахмала в качестве индикатора.

Аппаратура: воронка с гидравлическим затвором.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

В ГОСТ 1652.5–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

восстановление четырехвалентного олова до двухвалентного алюминием;

восстановление четырехвалентного олова до двухвалентного свинцом;

восстановление четырехвалентного олова до двухвалентного фосфорноватистым натрием или кальцием.

Атомно-абсорбционный метод определения олова

Суть: метод основан на растворении навески в смеси азотной и соляной кислот или, если содержание олова в сплаве менее 0,2%, на предварительном концентрировании олова соосаждением на гидратированный диоксид марганца и измерении атомной абсорбции олова в пламени ацетилен – воздух , ацетилен – закись азота или водород – воздух с использованием излучения с определенной заданной длиной волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр; лампа безэлектродная или с полым катодом для олова.

В ГОСТ 1652.5–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом при массовой доле олова от 0,2 до 2% и от 0,005 до 0,2%.

Описаны правила построения градуировочных графиков для определения олова всеми методами анализа.

Обработка результатов: массовую долю олова в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 1652.5–77 формулам.

Для контроля точности результатов определения олова используют государственные стандартные образцы, прошедшие все этапы анализа.

Допускается проводить контроль сопоставлением результатов, полученных фотометрическим и полярографическим или атомно-абсорбционным методами на параллельных навесках от контрольной пробы.

Определение сурьмы

Методы устанавливают правила определения содержания сурьмы в медноцинковых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.6–77 с учетом ГОСТ 15527–70, 17711–80, 1020–77).

Описаны следующие методы при массовой доле сурьмы:

экстракционно-фотометрический с кристаллическим фиолетовым (от 0,001 до 0,3% Sb);

экстракционно-фотометрический с бриллиантовым зеленым (от 0,1 до 0,3% Sb);

атомно-абсорбционный (от 0,001 до 0,2% Sb).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнениями по п. 1.1 ГОСТ 1652.1–77.

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с кристаллическим фиолетовым

Суть: метод основан на экстракции пятивалентной сурьмы толуолом в виде гексахлорстибата кристаллического фиолетового и измерении оптической плотности экстракта после выделения сурьмы с осаждением ее диоксидом марганца и растворении осадка в соляной кислоте.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.6–77 приведены составы реактивов с учетом соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с бриллиантовым зеленым

Суть: метод основан на экстракции толуолом окрашенного в сине-зеленый цвет гексахлорстибата бриллиантового зеленого и измерении оптической плотности экстракта.

Аппаратура: фотоэлектоколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.6–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Атомно-абсорбционный метод определения сурьмы

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот и измерении атомной абсорбции сурьмы в пламени ацетилен – воздух с использованием излучения с определенной длиной волны или измерении в тех же условиях атомной абсорбции сурьмы из среды органических растворителей после предварительного соосаждения ее на гидратированный диоксид марганца.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями; безэлектродная лампа или лампа с полым катодом для сурьмы.

В ГОСТ 1652.6–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа

этим методом при массовой доле сурьмы от 0,001 до 0,005% и свыше 0,05 до 0,2%.

Описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания сурьмы.

Обработка результатов: массовую долю сурьмы в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 1652.6–77 формулам.

Для контроля точности результатов определения сурьмы используют государственные образцы, прошедшие все этапы анализа.

Допускается проводить контроль точности сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим методами анализа на параллельных навесках от контрольной пробы.

Определение висмута

Методы устанавливают правила определения содержания висмута в медноцинковых сплавах при массовой доле висмута от 0,0005 до 0,05% (в соответствии с ГОСТ 1652.7–77 с учетом ГОСТов 15527–70, 17711–80, 1020–77).

Описаны фотометрические и атомно-абсорбционные методы.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТа 1652.1–77.

1. Фотометрический метод с ксиленовым оранжевым.

Суть: метод основан на образовании висмутом окрашенного комплекса с ксиленовым оранжевым и измерении оптической плотности окрашенного комплекса.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.7–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих олова, сурьмы и свинца;

для сплавов, содержащих олово, сурьму и массовую долю свинца до 0,5%;

для сплавов, содержащих олово, сурьму и массовую долю свинца свыше 0,5%.

2. Фотометрический метод определения висмута с тиомочевиной.

Суть: метод основан на образовании висмутом окрашенного комплекса с тиомочевиной в среде 1М раствора азотной кислоты и измерении его оптической плотности при заданной длине волны.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.7–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте или смеси бромистоводородной кислоты и брома и измерении атомной абсорбции висмута в растворе органических растворителей (после предварительного соосаждения на гидратированный диоксид марганца) в пламени ацетилен – воздух при заданной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр.

В ГОСТ 1652.7–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов, содержащих:

до 0,1% Sn, Sb, Pb;

свыше 0,1% Sn, Sb, Pb.

Для всех методов описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания висмута.

Обработка результатов. Массовую долю висмута в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТ 1652.7–77 формулам.

Для контроля точности результатов определения висмута используют государственные стандартные образцы, прошедшие все этапы анализа.

Допускается проводить контроль точности результатов определения висмута сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным и любым из фотометрических методами на параллельных навесках от контрольной пробы.

Определение мышьяка

Методы устанавливают правила определения содержания мышьяка в медноцинковых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.8–77 с учетом ГОСТов 15527–70, 17711–80, 1020–77).

Описаны следующие методы при массовой доле мышьяка:

экстракционно-фотометрический (от 0,001 до 0,1% As);

фотометрический (от 0,005 до 0,2% As);

амперометрический (от 0,01 до 0,2% As).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1–77.

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяковомолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Мышьяк от основных компонентов сплавов предварительно отделяют соосаждением с гидроксидом железа и последующей экстракцией в виде йодида мышьяка четыреххлористым углеродом и реэкстракцией его водой.

Аппаратура: установка для электролиза с платиновыми электродами; фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.8–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом для всех сплавов.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на предварительном отделении мышьяка отгонкой в виде хлористого мышьяка, образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его до мышьяковомолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора при заданной длине волны.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр; аппарат для дистилляции мышьяка по ГОСТ 14204–69.

В ГОСТ 1652.8–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления растворов, необходимых для анализа. Подробно описана технология проведения анализа этим методом для всех сплавов. Описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания мышьяка.

Амперометрический метод

Суть: метод основан на отгонке мышьяка из солянокислой среды в виде хлористого мышьяка и амперометрическом титровании его раствором смеси бромноватокислого и бромистого калия.

Аппаратура: амперометрическая установка с вращающимся платиновым электродом и насыщенным каломельным электродом сравнения; аппарат для дистилляции мышьяка по ГОСТ 14204–69.

В ГОСТ 1652.8–77 приведены составы реактивов с учетом соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом для всех сплавов.

Обработка результатов: массовую долю мышьяка в процентах для всех методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТ 1652.8–77 формулам.

Определение серы

Методы устанавливают правила определения содержания серы в медноцинковых сплавах при массовой доле серы от 0,001 до 0,05% (в соответствии с ГОСТ 1652.9–77 с учетом ГОСТ 15527–70, 17711–80, ГОСТ 1020–77 и ИСО 7266-84).

Описаны следующие методы:

йодометрический титриметрическй;

с применением автоматических и полуавтоматических анализаторов.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Йодометрический титриметрический метод

Суть: метод основан на сжигании пробы в токе кислорода при 1000–1200 °С, поглощении выделяющегося диоксида серы и титровании образовавшейся сернистой кислоты раствором йода в присутствии индикатора–крахмала.

Аппаратура: установка для определения серы, схема которой приведена на рис. 185.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа этим методом для всех сплавов.

Обработка результатов: массовую долю серы в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТе 1652.9–77 формуле.

Для контроля точности результатов определения серы используют государственные стандартные образцы сталей или никелевых сплавов.

Метод с применением автоматических и полуавтоматических анализаторов

Суть: метод основан на определении серы с помощью автоматических и полуавтоматических анализаторов, обеспечивающих сжигание навески пробы сплава в токе кислорода при 1000 – 1200 °С, поглощении образовавшегося диоксида серы раствором окислителя и определении серы в зависимости от типа анализатора кондуктометрическим, кулонометрическим, амперометрическим методами по измерению абсорбции молекулярных полос диоксида серы в инфракрасной области спектра.

Аппаратура: автоматический или полуавтоматический анализатор типа АС-7932. Допускается применение других типов автоматических или полуавтоматических анализаторов, обеспечивающих заданную точность анализа.

Обработка результатов: определение массовой доли серы проводят по методике, предусмотренной для данного типа анализатора, используя для градуировки государственные стандартные образцы сталей или никелевых сплавов.

Контроль точности результатов анализа серы в пробах гарантируется градуировкой анализатора по государственным стандартным образцам.

Допускается использовать государственные стандартные образцы медноцинковых сплавов по ГОСТ 8.315–78.

Определение алюминия

Методы устанавливают правила определения содержания алюминия в медноцинковых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.10–77 с учетом ГОСТов 15527–79, 17711–80, 1020–77).

Описаны следующие методы при массовой доле алюминия:

титриметрический (от 0,5 до 8% Al);

фотометрический (до 0,5% Al);

атомно-абсорбционный (от 0,03 до 8% Al).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1–77.

Титриметрический комплексонометрический метод

Суть: метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплекс со всеми компонентами сплава, титровании избытка раствором азотнокислой меди, разложении комплексоната алюминия добавлением фторида аммония или натрия и титровании трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном содержанию алюминия.

Аппаратура: РН-метр с принадлежностями, потенциометр типа ЛПМ-60 с ценой деления шкалы 5 мВ; микроамперметр типа М-95; установка для титриметрического определения алюминия с амперометрической индикацией, схема которой дана на рис. 189.

В ГОСТ 1652.10–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов и титров. Описана технология проведения анализа этим методом:

с амперометрической индикацией конечной точки титрования;

с визуальной индикацией конечной точки титрования.

Фотометрический метод определения алюминия с эриохромцианином Р

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения с эриохромцианином Р (или с хромазуролом С) после отделения меди электролизом на платиновом катоде.

Аппаратура: установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75; фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.10–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа: фотометрированием с применением эриохромцианина Р и хромазурола С.

Фотометрический метод определения алюминия с алюминоном

Суть: метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения алюминия с алюминоном при заданном pH после отделения алюминия от компонентов сплава раствором гидроксида натрия.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.10–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа этим методом для всех сплавов.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте или в смеси азотной и соляной кислот и измерении атомной абсорбции алюминия в пламени ацетилен – закись азота при заданной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр; лампа с полым катодом или другой источник резонансного излучения для алюминия.

В ГОСТ 1652.10–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих олова и кремния;

для сплавов, содержащих олово;

для сплавов, содержащих кремний.

Описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания алюминия указанными методами.

Обработка результатов: массовую долю алюминия в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 1652.10–77 формулам.

Контроль точности результатов определения алюминия проводят по государственным стандартным образцам. Допускается проводить контроль точности сопоставлением результатов, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами на параллельных навесках от контрольной пробы.

Определение никеля

Методы устанавливают правила определения содержания никеля в медноцинковых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.11–77 с учетом ГОСТов 15527–79, 17711–80, 1020–77 и ИСО 4742-84).

Описаны следующие методы при массовой доле никеля:

гравиметрический (от 0,5 до 7% Ni);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 1% Ni).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 26086–87 с дополнениями по п. 1.1 ГОСТ 1652.1–77.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на осаждении никеля в аммиачном растворе в присутствии винной или лимонной кислоты диметилглиоксимом в виде нерастворимого внутрикомплексного соединения.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов. Описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, содержащих кремний;

для медноцинковых сплавов остальных марок.

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на экстрагировании никеля в виде диметилглиоксимата хлороформом, реэкстракции никеля в водную фазу, образовании в водной фазе комплекса никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителя и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Подробно описана технология проведения анализа этим методом для всех сплавов.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот и измерении абсорбции никеля в пламени ацетилен – воздух с использованием излучения с заданной длиной волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр; лампа с полым катодом для никеля.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых растворов для анализа. Описана технология проведения анализа этим методом для всех сплавов.

Описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания никеля.

Обработка результатов: массовую долю никеля в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 1652.11–77 формулам.

Для контроля точности результатов определения никеля используют государственные стандартные образцы, прошедшие все этапы анализа.

Допускается использовать государственные стандартные образцы медно-цинковых сплавов по ГОСТ 8.315–97.

Определение кремния

Методы устанавливают правила определения кремния в медноцинковых сплавах (в соответствии с ГОСТ 1652.12–77 с учетом ГОСТов 15527–70, 17711–80, 1020–77).

Описаны следующие методы при массовой доле кремния:

гравиметрический (от 1 до 5% Si);

фотометрический (от 0,05 до 1% Si).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1–77.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на выделении кремниевой кислоты осаждением ее желатином из солянокислого раствора.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом для всех медноцинковых сплавов.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании кремнием с молибденом желтой кремнемолибденовой кислоты и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Подробно описана технология проведения анализа этим методом для всех медноцинковых сплавов.

Описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания кремния обоими методами.

Обработка результатов: массовую долю кремния в процентах вычисляют для обоих методов анализа по приведенным в ГОСТ 1652.12–77 формулам.

Для контроля точности результатов определения содержания кремния используют государственные стандартные образцы, прошедшие все этапы анализа. Допускается использовать государственные стандартные образцы медноцинковых сплавов по ГОСТ 8.315–97.

Определение фосфора

Методы устанавливают правила определения содержания фосфора (в соответствии с ГОСТ 1652.13–77 с учетом ГОСТов 15527–70, 17711–80, 1020–77).

Описаны следующие методы:

фотометрический (при массовой доле фосфора от 0,005 до 0,1%);

экстракционно-фотометрический (при массовой доле фосфора от 0,002 до 0,04%).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1–77.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании желтого фосфорнованадиевомолибденового комплекса и измерении его оптической плотности без предварительного отделения фосфора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.13–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом для всех медноцинковых сплавов.

Экстракционно-фотометрический метод определения фосфора по желтой фосфорномолибденовой гетерополикислоте в сплавах, содержащих мышьяк

Суть: метод основан на образовании фосфором желтого фосфорномолибденового комплекса при pH 1,5, экстрагируемого смесью хлороформа и бутилового спирта, и измерении оптической плотности экстракта.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1652.13–77 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих кремния и олова;

для сплавов, содержащих кремний;

для сплавов, содержащих олово.

Описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания кремния.

Обработка результатов: массовую долю фосфора в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 1652.13–77 формулам.

Для контроля точности результатов определения фосфора обоими методами используют государственные стандартные образцы, прошедшие весь ход анализа. Допускается использовать государственные стандартные образцы медноцинковых сплавов по ГОСТ 8.315–97.

Определение цинка

Методы устанавливают правила определения содержания цинка в медноцинковых сплавах (в соответствии с ГОСТ 24978–91 с учетом ИСО 4740-85).

Описаны следующие методы при массовой доле цинка:

титриметрические комплексонометрические (от 3,0 до 45,0% три варианта);

атомно-абсорбционный (от 3,0 до 10% Zn).

Допускается проводить определение цинка в медноцинковых сплавах по международному стандарту ИСО 4740-85, приведенному в приложении к указанному ГОСТу.

Общие требования к анализу должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

1. Титриметрический комплексонометрический метод

Суть: метод основан на растворении сплава в смеси соляной и азотной кислот, маскировании мешающих элементов тиомочевиной , лимоннокислым аммонием и роданидом аммония, экстрагировании комплекса цинка метилизобутилкотоном, реэкстракции в водную фазу и титровании цинка при заданном pH раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого.

2. Титриметрический комплексонометрический метод

Суть: метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в присутствии хромогена черного в качестве индикатора после отделения меди тиосульфатом натрия и связывании железа и никеля в комплексе аммиачным раствором диметилглиоксима.

3. Титриметрический комплексонометрический метод

Суть: метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в присутствии ксиленового оранжевого в качестве индикатора после предварительного отделения меди и свинца электролизом, марганца в виде диоксида, железа – в виде гидроксида, никеля – в виде диметилглиоксимата, которые осаждают из электролита одновременно.

Аппаратура: установка электролизная с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТу 6563–75 для всех титриметрических методов.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении навески сплава в смеси солей и азотной кислоты и измерении атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен – воздух при заданной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для цинка.

В ГОСТ 24978–91 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСтов и описан порядок приготовления необходимых для анализов растворов. Подробно описана технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов: массовую долю цинка в процентах для всех методов вычисляют по формулам, приведенным в ГОСТ 24978–91.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам медноцинковых сплавов или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным или титриметрическими методами.

Спектральный анализ медноцинковых сплавов по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра

Метод устанавливает правила проведения спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра (в соответствии с ГОСТ 9716.1–79).

Распространяется на латуни марок ЛС59-1, Л63, ЛО70-1, Л96, Л68 по ГОСТ 15527–70.

Суть: метод основан на возбуждении спектра дуговым разрядом переменного тока с последующей регистрацией его на фотопластинке с помощью спектрографа. Содержание определяемых элементов находят по градуировочному графику с помощью измеренных значений разности оптических плотностей аналитических линий и «внутренних стандартов» в спектрограммах сплава.

Метод позволяет определить в латунях железо, свинец, никель, алюминий, олово, кремний и мышьяк. Интервал массовых долей определяемых элементов приведен в таблице, указанной в ГОСТ 9716.1–79.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–81.

Аппаратура: спектрограф для фотографирования ультрафиолетовой области спектра со средней разрешающей способностью типа ИСП-30; микрофотометр типа МФ2 или ИФО-460; спектропроектор ПС-18 или другого типа.

В ГОСТ 9716.1–79 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов: строят градуировочные графики по формулам, приведенным в ГОСТ 9716.1–79, по которым находят массовую долю определяемых элементов в пробе.

Спектральный анализ медноцинковых сплавов по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектра

Метод устанавливает правила спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектра (в соответствии с ГОСТ 9716.2–79).

Распространяется на латуни марок ЛС59-1, Л63, ЛО70-1, Л96 и Л68 по ГОСТ 15527–70.

Суть: метод основан на возбуждении спектра дуговым разрядом переменного тока с последующей регистрацией его оптическим квантометром. Метод позволяет определять в латунях железо, свинец, никель, алюминий, олово, кремний, мышьяк.

Интервалы массовых долей определяемых элементов приведены в таблице ГОСТ 9716.2–79.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086-87.

Аппаратура: фотоэлектрическая установка (квантометр) типа ДФС-10М или МФС-4.

Подробно описан порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов: строят градуировочные графики по формулам, приведенным в ГОСТ 9716.2–79, по которым находят массовую долю определяемых элементов в пробе.

Спектральный анализ медноцинковых сплавов по оксидным образцам с фотографической регистрацией спектра

Метод устанавливает правила спектрального анализа медноцинковых сплавов по оксидным образцам с фотографической регистрацией спектра (в соответствии с ГОСТ 9716.3–79).

Распространяется на латуни марок ЛС59-1, Л63, ЛО70-1, Л96 и Л68 по ГОСТ 15527–70.

Суть: метод основан на использовании в качестве анализируемых образцов и стандартных образцов оксидных порошков латуней, получаемых растворением металла в азотной кислоте с последующим термическим разложением солей. Отпрессованные в брикеты порошковые образцы или стандартные образцы на графитовых подставках вводят в дугу постоянного тока. Регистрацию спектра проводят с помощью спектрографа.

Метод дает возможность производить анализ образцов в любом виде.

Метод позволяет определять в латунях железо, свинец, сурьму, никель, алюминий, олово, висмут, кремний и мышьяк.

Интервалы массовых долей определяемых элементов приведены в таблице ГОСТ 9716.3–79.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086-81.

Аппаратура: спектрограф кварцевый или дифракционный средней или большой дисперсии; комплект для прессования порошков (рис. 190).

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов: массовую долю определяемых элементов находят по градуировочному графику. Градуировочные графики строят по формулам, указанным в ГОСТ 9716.3–79.

10.8. БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ. Определяют медь, свинец, олово, фосфор, никель, цинк, железо, алюминий, кремний, сурьму, висмут, серу, марганец, магний, мышьяк, титан

Определение меди

Методы устанавливают правила определения содержания меди в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.1–79)

Описаны следующие методы:

гравиметрический электролитический метод с предварительным отделением олова и свинца;

гравиметрический электролитический метод без отделения олова.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Гравиметрический электролитический метод с предварительным отделением олова и свинца

Суть: **метод основан на выделении меди электролизом после предварительного отделения олова в виде метооловянной кислоты и свинца в виде сернокислого осадка , взвешивании выделившегося на катоде осадка меди и последующего определения остаточной меди в электролите методом атомно-абсорбционной спектрометрии или фотометрическим методом с применением купризона.**

Аппаратура: установка электролизная .

Гравиметрический электролитический метод без отделения олова

Суть: метод основан на маскировании олова в виде растворимого фторидного комплекса, выделении меди электролизом, взвешивании выделившегося на катоде осадка меди и определении остаточного содержания меди в электролите методом атомно-абсорбционной спектрометрии или фотометрическим методом с применением купризона.

Аппаратура: установка электролизная, атомно-абсорбционный спектрометр, фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1953.1–79 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализов растворов. Подробно описана технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю меди в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 1953.1–79 формулам.

Контроль точности результатов анализа –

Определение свинца

Методы устанавливают правила определения свинца в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.2–79).

Описаны следующие методы при массовой доле свинца:

полярографический (от 0,002 до 0,6% Pb);

электрогравиметрический (от 1,0 до 4,0% Pb);

титриметрический комплексонометрический (от 1,0 до 30,0% Pb);

атомно-абсорбционные (от 0,002 до 0,02 и свыше 0,02 до 12% Pb).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Полярографический метод

Суть: метод основан на предварительном отделении олова отгонкой в виде летучего тетрабромида олова при растворении бронзы в смеси брома и бромистоводородной кислоты, отделении свинца от меди соосаждением свинца с гидроксидом железа аммиаком с последующим растворением осадка и определении свинца на полярографе переменного или постоянного тока в растворе ортофосфорной кислоты.

Аппаратура: полярограф переменного или постоянного тока.

Электрогравиметрический метод

Суть: метод основан на выделении свинца электролизом после предварительного отделения олова в виде метооловянной кислоты и взвешивании осадка диоксида свинца на аноде.

Аппаратура: электролизная установка постоянного тока.

Титриметрический комплексонометрический метод

Суть: метод основан на титровании свинца раствором трилона Б в присутствии ксиленового оранжевого в качестве индикатора после его выделения в виде сернокислого свинца и растворении в уксуснокислом амминии.

Атомно-абсорбционный метод (от 0,002 до 0,02% Pb)

Суть: метод основан на измерении поглощения света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух, после предварительного выделения свинца с гидроксидом железа.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр.

Атомно-абсорбционный метод (от 0,02 до 12% Pb).

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр.

В ГОСТ 1953.2–87 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализов растворов. Подробно описана технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю свинца для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 1953.2–87 формулам.

Контроль точности результатов анализа описан в п. 10.9.

Определение олова

Методы устанавливают правила определения содержания олова в оловянных бронзах (в соответстии с ГОСТ 1953.3–79).

Описаны следующие методы при массовой доле олова:

титриметрические (от 0,5 до 12% Sn);

гравиметрический (от 0,5 до 12% Sn);

атомно-абсорбционный (от 0,25 до 12% Sn).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на титровании двухвалентного олова раствором йода после отделения основы сплава соосаждением с гидроксидом железа (III), растворении гидроокиси в соляной кислоте и восстановлении олова (IV) до олова (II), алюминия и свинца фосфорноватистокислым натрием или кальцием.

Титриметрический комплексонометрический метод

Суть: метод основан на связывании содержащихся в бронзе олова, свинца, цинка, никеля в комплексы трилоном Б, титровании избытка трилона Б раствором азотнокислого свинца, разложении комплексоната олова фторидом аммония и последуюшем определении олова титрованием трилона Б, выделившегося при этом в количестве, эквивалентном содержанию олова, раствором азотнокислого свинца. В качестве индикатора используют ксиленовый оранжевый. Влияние меди утраняют гипосульфитом натрия.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на выделении метаоловянной кислоты из азотнокислого раствора и прокаливании осадка до постоянной массы.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух или ацетилен – закись азота.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр.

В ГОСТ 1953.3–79 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализов растворов. Подробно описана технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов: массовую долю олова в процентах для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСт 1953.3–79 формулам.

Контроль точности результатов анализа изложен см. ниже п. 10.9.

Определение фосфора

Методы устанавливают правила определения содержания фосфора в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.4–79).

Описаны следующие методы при массовой доле фосфора:

фотометрический (от 0,01 до 0,5% P);

титриметрический (от 0,3 до 1,2% P).

Общие требования к анализам должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Фотометрический метод

***Суть:* метод основан на образовании желтого фосфорнованадиевомолибденового комплекса и измерении его оптической плотности**

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на осаждении свинца в виде фосфоромолибдата аммония, растворении осадка в титрованном растворе щелочи и титровании избытка ее раствором кислоты.

В ГОСТ 1953.4–79 для обоих методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализов растворов. Подробно описана технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов: массовую долю фосфора для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 1953.4–79 формулам.

Контроль точности результатов анализа см. выше ГОСТ 1953.1–79.

Определение никеля

Методы устанавливают правила определения содержания никеля в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.5–79).

Описаны следующие методы при массовой доле никеля:

фотометрический (от 0,05 до 2,5% Ni);

гравиметрический (от 0,3 до 2,5% Ni);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 2,5% Ni).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с добавлением по ГОСТ 1983.1–79.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании никелем окрашенного соединения с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, электролизная установка, платиновые электроды по ГОСТ 6563–75.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на осаждении никеля из аммиачного раствора диметилглиоксимом в присутствии лимонной и винной кислот в виде нерастворимого внутрикомплексного диметилглиоксимата никеля и взвешивании полученного осадка.

Аппаратура: электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75 , тигли фильтрующие по ГОСТ 25336–82 типов ТФ3-20, 3-22.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами никеля, образующимися при введении анализируемого раствора в пламz ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для никеля.

В ГОСТ 1953.5–79 для всех методов приведены составы реактивов и растворов, необходимых для анализа, с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны технология проведения анализа и правила построения градуировочных графиков для фотометрического и атомно-абсорбционного методов.

Обработка результатов. Массовую долю никеля в процентах для всех методов вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 1953.5–79.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам оловянных бронз, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных другими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение цинка

Методы устанавливают правила определения содержания цинка в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.6–79).

Описаны следующие методы при массовой доле цинка:

полярографический (от 0,001 до 0,04% Zn);

полярографический (от 0,01 до 4,0% Zn);

титриметрический (от 1,5 до 17% Zn);

титриметрический (от 1,5 до 30% Zn);

титриметрический комплексонометрический (от 1,5 до 17% Zn);

титриметрический комплексонометрический: определение олова, свинца, меди и цинка из одной навески;

атомно-абсорбционный при массовой доле цинка от 0,1 до 10%.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 1953.1–79.

Полярографический метод (от 0,001 до 0,04% Zn)

Суть: метод основан на последовательном предварительном отделении олова в виде летучего тетрабромида и основной массы меди электролизом с последующим определением цинка на фоне ортофосфорной кислоты методом переменно-токовой полярографии.

Аппаратура: полярограф переменного тока и ячейка с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Полярографический метод (от 0,01 до 4,0% Zn)

Суть: метод основан на растворении бронзы в смеси бромисто-водородной кислоты и брома, хроматографическом выделении цинка на анионите, элюировании цинка водой и полярографическом определении цинка на хлоридо-аммиачном фоне в интервале заданных потенциалов относительно каломельного электрода.

Аппаратура: колонки ионообменные диаметром 15 мм, высотой 250–300 мм; полярограф переменного тока со всеми принадлежностями (допускается применение других полярографов).

В ГОСТ 1953.6–79 описан порядок подготовки ионообменных колонок к работе.

Титриметрический комплексонометрический метод определения цинка в бронзах, не содержащих никеля и свинца (от 1,5 до 17% Zn)

Суть: метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в присутствии ксиленового оранжевого в качестве индикатора после маскирования меди тиосульфатом натрия.

Титриметрический метод определения цинка с выделением его на анионите (от 1,5 до 30% Zn)

Суть: метод основан на комплексонометрическом титровании цинка после его выделения на сильноосновном анионите.

Аппаратура: колонки стеклянные ионообменные диаметром 15 мм, высотой 250–300 мм.

В ГОСТ 1953.6–79 подробно описан порядок подготовки хроматографических колонок к работе.

Атомно-абсорбционный метод (от 0,1до 10% Zn)

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами цинка, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для цинка.

В ГОСТ 1953.6–79 изложены правила построения градуировочных графиков.

Титриметрический комплексонометрически й метод определения цинка в оловянных бронзах в присутствии никеля и свинца (от 1,5 до 17% Zn)

Суть: метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в присутствии хромогена в качестве индикатора после отделения меди тиосульфатом натрия и связывании железа и никеля в комплексе аммиачным раствором диметилглиоксима.

Аппаратура: установка электролизная, электроды платиновые по ГОСТ 6563–75.

Титриметрический комплексонометрический метод определения цинка (определение олова, свинца, меди и цинка из одной навески)

Суть: метод основан на последовательном отделении цинка от олова, свинца, меди по ГОСТ 1953.1-79 из одной навески и определении его содержания титриметрическим методом.

Аппаратура: установка электролизная, электроды платиновые по ГОСТ 6563–75.

В ГОСТ 1953.6–79 для всех методов приведены составы реактивов и растворов, необходимых для анализов, с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описана технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю цинка в процентах для всех методов вычисляют по приведенной в ГОСТ 1953.6–79 формуле.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам оловянных бронз, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87, или сопоставлением результатов, полученных другими методами.

Определение железа

Методы устанавливают правила определения содержания железа в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.7–79).

Описаны следующие методы при массовой доле железа:

фотометрический (от 0,0025 до 0,6% Fe);

фотометрический (от 0,01 до 0,6% Fe);

атомно-абсорбционный (от 0,0025 до 0,6% Fe).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнениями по п. 1.1 ГОСТ 1953.1–79.

Фотометрический метод определения железа с применением 1,10-фенантролина или 2,2'-дипиридила

Суть: метод основан на образовании железом окрашенного комплекса с 1,10-фенантролином или 2,2'-дипиридилом после предварительной отгонки олова в виде тетрабромида и выделении железа соосаждением с гидроксидом алюминия.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод определения железа с сульфосалициловой кислотой

Суть: метод основан на образовании трехвалентным железом с сульфосалициловой кислотой комплексного соединения и измерении его оптической плотности.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр

В ГОСТ 1953.7–79 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа:

для бронз, не содержащих свинеца;

для бронз, содержащих свинец.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами железа, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для железа.

В ГОСТ 1953.7–79 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю железа в процентах для всех методов вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 1953.7–79.

Контроль точности результатов анализа проводят в соответствии с ГОСТ 1953.1–79.

Определение алюминия

Методы устанавливают правила определения содержания алюминия в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.8–79).

Описаны следующие методы при массовой доле алюминия:

фотометрические (от 0,001 до 0,25% Al);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 0,25% Al).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с добавлением ГОСТ 9153.1–79 п. 1.1.

Фотометрический метод с эриохромцианином (от 0,001 до 0,06% Al)

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплекса алюминия с эриохромцианином после предварительного удаления олова в виде тетрабромида и отделения алюминия от мешающих элементов гидроксидом натрия в присутствии бутилового спирта, предотвращающего сорбцию алюминия на гидроксидах металлов.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, pH-метр.

Фотометрический метод с хромазуролом и неионно-генными поверхностно-активными веществами (от 0,001 до 0,06% Al)

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплекса алюминия с хромазуролом и неионно-генными поверхностно-активными веществами.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, pH-метр.

Фотометрический метод с хромазуролом (от 0,001 до 0,06% Al)

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплекса алюминия с хромазуролом и измерении его оптической плотности после предварительного удаления олова в виде тетрабромида, отделения меди электролизом или отделения мешающих элементов тиоацетамидом.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, pH-метр.

В ГОСТ 1953.8–79 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для бронз, содержащих свинец как примесь;

для бронз, содержащих свинец как компонент.

Приведены правила построения градуировочных графиков :

для бронз, содержащих алюминий от 0,001 до 0,005% и свыше 0,005%.

Фотометрический метод определения алюминия (от 0,01 до 0,25% Al)

Суть: метод основан на образовании алюминием окрашенного комплексного соединения с эриохромцианином и измерении его оптической плотности после отделения меди электролизом.

Аппаратура: установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75, pH-метр, фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении поглощения света атомами алюминия, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–закись азота.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для алюминия; установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75.

В ГОСТ 1953.8–79 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этими методами.

Обработка рзультатов. Массовую долю алюминия в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 1953.8–79 формуле.

Контроль точности результатов анализа проводят по ГОСТ 1953.1–79.

Определение кремния

Методы устанавливают правила определения содержания кремния в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.9–79).

Описаны следующие методы при массовой доле кремния:

экстракционно-фотометрический (от 0,001 до 0,1% Si);

фотометрический (от 0,01 до 0,3% Si);

спектральный полуколичественный (от 0,0005 до 0,003% Si).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнениями по п. 1.1 ГОСТ 1953.1–79.

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании кремнемолибденовой кислоты, экстракции ее бутиловым спиртом, восстановлении ее в экстракте до кремнемолибденовой сини и измерении интенсивности образовавшейся окраски.

Метод применим для определенного содержания кремния в присутствии фосфора, не превышающем 5-кратного избытка по отношению к кремнию.

Аппаратура: pH-метр.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой кислоты и измерении оптической плотности полученного раствора.

Аппаратура: спектрофотометр, фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Полуколичественный спектральный анализ

Суть: пробы или стандартные образцы массой (0,50±0,05) г подвергают предварительному окислению расплавлением на катоде дуги постоянного тока в атмосфере кислорода. Окисленный образец помещают на графитовую подставку и между ним и подставным электродом из чистой меди или угля возбуждают дугу постоянного тока. Спектр дуги

фотографируют с помощью спектрографа, измеряют интенсивности аналитических линий и фона и по методу «трех эталонов» находят концентрацию кремния. Если линия анализируемого элемента в пробе отсутствует или значительно слабее по интенсивности линии в стандартном образце, концентрацию кремния оценивают полуколичественно.

Аппаратура: спектрограф типа ИСП-22, источник постоянного тока для питания дуги, обеспечивающий необходимые напряжение и силу тока, устройство для высокочастотного поджигания дуги, микрофотометр для измерения оптических плотностей спектральных линий и фона, электроды-подставки графитовые, электроды-подставки из меди, кислородная камера для окисления СО и проб.

В ГОСТ 1953.9–79 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю кремния в процентах для всех методов вычисляют по приведенной в ГОСТ 1953.9–79 формуле.

Контроль точности результатов анализа проводят по ГСО оловянноцинковой бронзы или по СОП 2186-86 типа оловянноцинковой бронзы.

Определение сурьмы

Методы устанавливают правила определения содержания сурьмы в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.10–79).

Описаны следующие методы при массовой доле сурьмы:

экстракционно-фотометрическийметод с кристаллическим фиолетовым (от 0,001 до 0,6% Sb);

экстракционно-фотометрический метод с бриллиантовым зеленым (от 0,2 до 0,6% Sb);

атомно-абсорбционный метод (от 0,001 до 0,05% Sb);

атомно-абсорбционный метод (от 0,05 до 0,6% Sb).

Общие требования к анализу должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнениями по п. 1.1.ГОСТ 1953.1–79.

Экстракционно-фотометрический метод с кристаллическим фиолетовым

Суть: метод основан на выделении сурьмы с осаждением ее оловянной кислотой или гидратированным диоксидом марганца, экстракции пятивалентной сурьмы толуолом в виде гексахлоростибата кристаллического фиолетового и измерении оптической плотности экстракта.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Экстракционно-фотометрический метод с бриллиантовым зеленым

Суть: метод основан на экстракции толуолом окрашенного в сине-зеленый цвет гексахлоростибата бриллиатового зеленого и измерении оптической плотности экстракта.

Метод позволяет определять сурьму на фоне всех компонентов бронзы без их предварительного отделения.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или электрофотометр.

Атомно-абсорбционный метод (от 0,001 до 0,05% Sb)

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух после предварительного выделения сурьмы соосаждением ее с диоксидом марганца.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

В ГОСТ 1953.10–79 описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этим методом для бронз с массовой долей кремния менее 0,05% и свыше 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод (от 0,05 до 0,6% Sb)

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

В ГОСТ 1953.10–79 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю сурьмы в процентах для всех методов вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 1953.10–79.

Контроль точности анализа для экстракционно-фотометрических методов проводят по государственным стандартным образцам оловянных бронз, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, или сопоставлением с результатами, полученными другими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87; для метода 3 – по ГСО 1516-79 (М 246х) оловянноцинковой бронзы или по СОП 2186–86 типа оловянноцинковой бронзы (М 246х).

Определение висмута

Методы устанавливают правила определения содержания висмута в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.11–79).

Описаны следующие методы при массовой доле висмута:

фотометрические (от 0,001 до 0,02% Bi);

атомно-абсорбционный (от 0,001 до 0,02% Bi).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнениями по п. 1.1 ГОСТ 1953.1–79.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании висмутом с ксиленовым оранжевым окрашенного комплекса и измерении его оптической плотности после предварительного выделения висмута соосаждением с гидроокисью

железа или диоксидом марганца из раствора азотной кислоты определенной концентрации. Мешающее влияние железа устраняют аскорбиновой кислотой, а следов олова – фтористым натрием.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод с применением йодида калия

Суть: метод основан на образовании висмутом с йодидом калия окрашенного комплекса и измерении его оптической плотности после предварительного удаления олова в виде тетрабромида и выделении висмута соосаждением с гидроксидом железа.

Для восстановления йодидного комплекса применяют тиомочевину, которая еще является и маскирующим реагентом, образуя бесцветные комплексы с железом, медью, никелем.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами висмута, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух, после предварительного выделения висмута на диоксид марганца.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для висмута

В ГОСТ 1953.11–79 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю висмута в процентах для всех методов вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 1953.11–79.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам оловянных бронз, утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных другими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение серы

Методы устанавливают правила определения содержания серы в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.12–79).

Описаны следующие методы при массовой доле серы:

йодометрический (от 0,001 до 0,1% S);

методы определения серы с применением автоматических и полуавтоматических анализаторов (от 0,001 до 0,1% S).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1–79.

Йодометрический метод

Суть: метод основан на сжигании пробы в токе кислорода при 1200–1250 °С с поглощением выделяющегося диоксида серы водой и титровании образовавшейся сернистой кислоты раствором йода в присутствии крахмала.

Аппаратура: установка для определения содержания серы (см. рис.).

В ГОСТ 1953.12–79 подробно описаны подготовка к работе установки для определения содержания серы.

Методы определения серы с применением автоматических и полуавтоматических анализаторов

Суть: методы основаны на определении содержания серы с помощью автоматического или полуавтоматического анализатора, обеспечивающего сжигание навески пробы бронзы в токе кислорода при 1200–1600 °С, поглощении образовавшегося диоксида серы раствором окислителя и определении содержания серы в зависимости от типа анализатора кондуктометрическим, кулонометрическим, амперометрическим методами или измерением абсорбции молекулярных полос диоксида серы в инфракрасной области спектра.

Аппаратура: автоматический или полуавтоматический анализатор любого типа.

В ГОСТ 1953.12–79 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описана технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю серы в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 1953.12–79 формуле.

Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице ГОСТ 1953.12–79.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам оловянных бронз, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, или сопоставлением результатов полученных другими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение марганца

Методы устанавливают правила определения содержания марганца в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.13–79).

Описаны следующие методы при массовой доле марганца:

фотометрический (от 0,05 до 0,3% Mn);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 0,3% Mn).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25087–87 с дополнениями по п. 1.1 ГОСТ 1953.1–79.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на измерении образовавшейся окраски перманганат-иона после окисления марганца (II) до марганца (VII) йоднокислым калием.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами марганца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для марганца.

В ГОСТ 1953.13–79 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю марганца в процентах для обоих методов вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 1953.13–79.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам оловянных бронз, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, или сопоставлением результатов, полученных другими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение магния

Методы устанавливают правила определения содержания магния в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.14–79).

Описаны следующие методы при массовой доле магния:

фотометрический (от 0,005 до 0,05% Mg);

атомно-абсорбционный (от 0,001 до 0,05% Mg).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнениями по п. 1.1 ГОСТ 1953.1–79.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании магнием в щелочной среде с титановым желтым или Феназо соединения красно-фиолетового цвета и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр/

Приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов.

Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этим методом.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами магния, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для магния.

В ГОСТ 1953.14–79 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю магния в процентах для обоих методов вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 1953.14–79.

Контроль точности результатов анализа всеми методами проводят по государственным стандартным образцам оловянных бронз, утвержденным по

ГОСТ 8.315–97, или сопоставлением с результатами, полученными другим методом.

Определение мышьяка

Методы устанавливают правила определения содержания мышьяка в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.15–79).

Описаны следующие методы при массовой доле мышьяка:

фотометрический (от 0,01 до 0,15% As);

экстракционно-фотометрический (от 0,01 до 0,15% As).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнениями по п. 1.1. ГОСТ 1953.1–79.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на предварительном отделении мышьяка отгонкой в виде треххлористого мышьяка из солянокислого раствора в присутствии фосфорной кислоты, последующем образовании желтой молибденомышьяковой кислоты, восстановлении ее сернокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяковомолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура. Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, прибор для определения содержания мышьяка по ГОСТ 14204–.

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяковомолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора после предварительного отделения мышьяка соосаждением его с гидроксидом железа и последующей экстракции в виде йодида мышьяка четыреххлористым углеродом и реэкстракцией водой.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1953.15–79 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю мышьяка в процентах для обоих методов вычисляют по формуле, приведенной в ГОСТ 1953.15–79.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам оовянных бронз, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, или методом добавок, или другими методами в соответствиис ГОСТ 25086–87.

Определение титана

Фотометрический метод устанавливает правила определения титана при его массовой доле от 0,02 до 0,2% в оловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 1953.16–79).

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1–79.

Суть: метод основан на образовании титаном в сернокислой среде с перекисью водорода желто0оранжевого комплекса.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 1953.16–79 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила построения градуировочных графиков и технология проведения анализа этим методом.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам оловянных бронз, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, или методом добавок.

10.9. БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ. Определяют алюминий, железо, марганец, никель, кремний, свинец, мышьяк, сурьм, олово, фосфор, цинк, бериллий, титан, кобальт, кадмий, серебро, хром, теллур, магний

Определение меди

Гравиметрический электролитический метод

Метод устанавливает правила определения содержания меди в безоловянных броназх (в соответствии с ГОСТ 15027.1–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Суть: метод основан на выделении меди электролизом, взвешивании выделившегося на катоде осадка меди и определении оставшейся в электролите меди методами атомной абсорбции в пламени ацетилен – воздух при заданной длине волны и фотометрическим с купризоном.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086-87.

Аппаратура: электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75; атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для меди; фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описан порядок подготовки растворов к анализам и технология их проведения для сплавов:

не содержащих олова, свинца и кремния;

сплавов, содержащих кремний;

для сплавов, содержащих олово;

для сплавов с массовой долей свинца от 0,8 до 2% и свыше 20%;

с массовой долей сурьмы до 0,05% и выше 0,05%;

при определении остаточной меди в электролите методом атомно-абсорбционной спектрометрии;

при определении остаточной меди в электролите фотометрическим методом с купризоном.

Обработка результатов. Массовую долю меди в процентах в случае определения оставшейся в электролите меди методами атомно-абсорбционной спектрометрии и фотометрическим вычисляют по приведенным в ГОСТ 15027.1–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение алюминия

Методы устанавливают правила определения содержания алюминия в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.2–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле алюминия:

титриметрические (от 3 до 13% Al);

фотометрический (от 0,005 до 0,25% Al);

гравиметрический (от 3 до 13% Al);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 0,25% и от 3 до 13% Al).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Титриметрический метод определения алюминия с визуальной индикацией конечной точки титрования

Суть: метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплексы со всеми компонентами сплава, титровании избытка в присутствии индикатора 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола, разложении комплексоната алюминия добавлением фторида аммония или натрия и титровании трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном содержанию алюминия.

Титриметрический метод определения алюминия с амперометрической индикацией конечной точки титрования

Суть: метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплекс со всеми компонентами сплава, титровании избытка раствором азотнокислой меди, разложении комплексоната алюминия добавлением фторида аммония или натрия и титровании трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном содержанию алюминия.

Аппаратура: РН-метр со всеми принадлежностями типа ЛПУ-01 или рН-340; потенциометр типа ЛПМ-60; микроамперметр типа М-95; установка для титриметрического определения алюминия с амперометрической индикацией конца титрования.

Титриметрический метод определения алюминия с отделением алюминия от мешающих элементов на ртутном катоде

Суть: метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплекс с алюминием, титровании избытка раствором хлористого цинка в присутствии ксиленолового оранжевого, разложении комплексоната алюминия добавлением фторида натрия и титровании трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном содержанию алюминия. Алюминий предварительно отделяют от основных компонентов сплава на ртутном катоде.

Аппаратура: установка для электролиза с ртутным катодом.

Титриметрический метод определения алюминия с отделением алюминия от меди электролизом с платиновыми электродами

Суть: метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплекс с алюминием и другими элементами, титровании избытка раствором азотнокислой меди в присутствии 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола (ПАН), разложении комплексоната алюминия добавлением фторида натрия и титровании трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном содержанию алюминия.

Алюминий предварительно отделяют от меди электролизом с платиновыми электродами.

Аппаратура: установка для электролиза с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения с эриохромцианином Р или хромазуролом по ле отделения меди электролизом на платиновом катоде.

Аппаратура: установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75; pH-метр; фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.2–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для бронзы марки Бр КН-3 (фотометрирование с применением эриохромцианина и хромазурола);

для бериллиевых бронз;

для бронз, содержащих олово.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на осаждении алюминия 8-оксихинолином и взвешивании высушенного осадка оксихинолята алюминия после предварительного отделения мешающих компонентов.

Аппаратура: установка электролизная с сетчатыми платиновыми катодами по ГОСТ 6563–75; установка электролизная с ртутным катодом, тигли фильтрующие по ГОСТ 23932–79 типа ТФ-3–20.

Атомно-абсорбционный метод определения алюминия при массовой доле алюминия от 0,01 до 0,25%

Суть: метод основан на измерении поглощения света атомами алюминия, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – закись азота.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для алюминия; установка для электролиза с двумя платиновыми электродами.

В ГОСТ 15027.2–77 подробно описаны порядок приготовления растворов и технология проведения анализа для бронз с массовой долей олова до 0,05 и свыше 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод определения алюминия при массовой доле алюминия от 3 до 13%

Суть: метод основан на измерении поглощения света атомами алюминия, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – закись азота.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для алюминия.

В ГОСТ 15027.2–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю алюминия в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 15027–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализов, полученных другими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение железа

Методы устанавливают правила определения содержания железа в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.3–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле железа:

титриметрические (от 0,4 до 7% Fe);

фотометрические (от 0,01 до 1% Fe);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 7% Fe).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Титриметрический метод

Суть: метод основан на восстановлении трехвалентного железа до двухвалентного, титровании двухвалентного железа раствором двухромовокислого калия с потенциометрическим установлением конца титрования или визуальным способом с индикатором дифениламином или натриевой солью дифениламиносульфоновой кислоты.

Аппаратура: потенциометр с насыщенным каломельным электродом и платиновым индикаторным электродом.

В ГОСТ 15027.3–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для бронз с массовой долей кремния до 0,05 и свыше 0,05%.

Титриметрический комплексонометрический метод

Суть: метод основан на титровании трехвалентного железа раствором трилона Б с применением сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора.

Фотометрический 1,10-фенантролиновый метод

Суть: метод основан на образовании железом окрашенного комплекса с 1,10-фенантролином или а'-дипиридилом при заданном pH в присутствии уксуснокислого натрия и солянокислого гидроксиламина после выделения железа соосаждением с гидроксидом алюминия.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.3–77 подробно описана технология проведения анализа:

для бронз, не содержащих кремния;

для кремнистых бронз;

для свинцовых бронз;

для бронз с массовой долей олова, сурьмы и свинца свыше 0,05%

Фотометрический сульфосалицилатный метод

Суть: метод основан на образовании железом (III) окрашенного в желтый цвет комплекса с сульфосалициловой кислотой в аммиачном растворе при заданном pH после выделения железа соосаждением с гидроксидом алюминия.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.3–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих кремния;

для кремнистых бронз.

Фотометрический сульфосалицилатный метод определения железа в кислой среде

Суть: метод основан на образовании окрашенного в красно-фиолетовый цвет комплекса трехвалентного железа с сульфосалициловой кислотой в кислой среде и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

В ГОСТ 15027.3–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Распространяется на все бронзы, кроме кремнистых и свинцовистых.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами железа, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для железа.

В ГОСТ 15027.3–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для бронз с массовой долей олова и кремния до 0,05% и свыше 0,05%; для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05%.

В ГОСТ 15027.3–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых растворов. Подробно описана технология проведения анализов этими методами.

Определение марганца

Методы устанавливают правила определения содержания марганца в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.4–77 с учетом ГОСТ ов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле марганца:

титриметрический (от 0,5 до 6% Mn);

фотометрический (от 0,01 до 3,5% Mn);

потенциометрический (от 8 до 16% Mn);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 6% Mn).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Титриметрический персульфатный метод

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного надсернокислым аммонием в кислой среде в присутствии катализатора азотнокислого серебра и титровании семивалентного марганца раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания раствора или солью Мора с потенциометрическим установлением конечной точки титрования или визуальным с фенилантраниловой кислотой в качестве индикатора.

Аппаратура: потенциометр типа ЛПМ-60М, электрод платиновый типа ЭТПЛ-0,1М, электрод азотносеребряный.

В ГОСТ 15027.4–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

при титровании раствором тиосульфата натрия (для сплавов с массовой долей кремния не более 0,2% и свыше 0,2%);

при потенциометрическом титровании раствором соли Мора;

при визуальном титровании раствором соли Мора с фенилантраниловой кислотой.

Фотометрический периодатный метод

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного в кислой среде периодатом калия и измерении плотности фиолетовой окраски образовавшегося перманганат-иона.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.4–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для бронз с массовой долей олова свыше 0,05% и кремния свыше 0,01%;

бронз с массовой долей олова менее 0,05% и кремния менее 0,01%.

Потенциометрический метод

Суть: метод основан на потенциометрическом титровании марганца (II) в кислой среде в присутствии фторид-йонов раствором марганцевокислого калия.

Аппаратура: потенциометр с платиновым и каломельным электродами

В ГОСТ 15027.4–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для бронз с массовой долей кремния до 0,1 и свыше 0,01%.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами марганца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для марганца.

В ГОСТ 15027.4–77 подробно описана технология проведения анализа для бронз с массовой долей: олова менее 0,05% и кремния менее 0,01%; олова свыше 0,05%; кремния свыше 0,01%.

В ГОСТ 15027.4–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Обработка результатов. Массовую долю марганца в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 15027.4–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализов, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим или титрометрическим методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение никеля

Методы устанавливают правила определения содержания никеля в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.5–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле никеля:

гравиметрический (от 0,5 до 35% Ni);

фотометрический (от 0,05 до 7% Ni);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 7% Ni).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на осаждении никеля в аммиачном растворе в присутствии винной или лимонной кислот диметилглиоксимом в виде нерастворимого внутрикомплексного соединения.

Аппаратура: электролизная установка с платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75; тигли фильтрующие по ГОСТ 23932–79.

В ГОСТ 15027.5–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для бронз, содержащих кремний;

для всех остальных бронз.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании никелем окрашенного соединения с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.5–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для бронз, содержащих кремний;

для всех остальных бронз.

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на экстрагировании желтоокрашенного комплекса диметилглиоксилата никеля хлороформом и измерении оптической плотности экстракта.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами никеля, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для никеля.

В ГОСТ 15027.5–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для бронз с массовой долей кремния до 0,05 и свыше 0,05%.

В ГОСТ 15027.5–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Обработка результатов. Массовую долю никеля в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 15027.5–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят для всех методов анализа по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализов, полученными другими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение кремния

Методы устанавливают правила определения содержания кремния в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.6–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Описаны следующие методы:

гравиметрический (в кремнистых бронзах при массовой доле кремния от 0,5 до 4%);

экстракционно-фотометрический (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,25% и массовой доле железа свыше 1%);

фотометрический (в бронзах всех марок при массовой доле кремния от 0,01 до 0,3%).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Гравиметрический метод определения кремния в кремнистых бронзах

Суть: метод основан на выделении кремниевой кислоты осаждением с добавлением желатина из солянокислого раствора.

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании кремнемолибденовой кислоты, экстракции ее бутиловым спиртом, восстановлении ее в экстракте до кремнемолибденовой сини и измерении интенсивности образовавшейся окраски.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании кремнием желтой кремнемолибденовой кислоты и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.6–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю кремния в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ15027.6–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, в соответствии с ГОСТ 15086–87.

Определение свинца

Методы устанавливают правила определения содержания свинца в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.7–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78 и 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле свинца:

титриметрический комплексонометрический (от 0,8 до 65% Pb);

гравиметрический электролитический (от 0,8 до 2,5% Pb);

полярографический (от 0,001 до 0,6% Pb);

экстракционно-фотометрический (от 0,001до 0,5% Pb);

атомно-абсорбционный (от 0,002 до 0,02% и свыше 0,02 до 12% Pb).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Титриметрический комплексонометрический метод определения свинца

Суть: метод основан на титровании уксусно-кислого свинца раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого до изменения окраски из фиолетовой в желтую

В ГОСТ 15027.7–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов с массовой долей олова менее 0,05 и свыше 0,05%.

Гравиметрический электролитический метод

Суть: метод основан на выделении свинца электролитически и взвешивании выделившегося осадка диоксида свинца.

Аппаратура: установка для электролиза с платиновыми сетчатыми электродами по ГОСТ 6563–75.

Полярографический метод

Суть: метод основан на предварительном отделении свинца от основных металлов соосаждением с гидроксидом железа в аммиачном растворе с последующим определением свинца полярографическим методом.

Аппаратура: полярограф типа ПО 5122 или другой подобного типа; ячейка полярографическая с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

В ГОСТ 15027.7–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для всех бронз, кроме кремнистых;

для кремнистых бронз.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на экстракции свинца из щелочной среды хлороформом в виде диэтилдитиокарбамината, замещении свинца медью встряхиванием экстракта с избытком водного раствора сернокислой меди и измерении оптической плотности полученного хлороформного раствора диэтилдитиокарбамината меди.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.7–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для всех бронз, кроме кремнистых;

для кремнистых бронз.

Атомно-абсорбционный метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,002 до 0,2%)

Суть: метод основан на измерении поглощения света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен –

воздух после предварительного выделения свинца соосаждением с гидроксидом железа.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для свинца.

В ГОСТ 15027.7–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для бронз:

с массовой долей олова, кремния и алюминия менее 0,05%;

с массовой долей олова свыше 0,05%;

с массовой долей кремния свыше 0,05%;

содержащих алюминий как компонент.

Атомно-абсорбционный метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,02 до 12%)

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для свинца.

В ГОСТ 15027.7–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для бронз с массовой долей:

олова и кремния до 0,05%;

олова свыше 0,05%;

кремния свыше 0,05%.

В ГОСТ 15027.7–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Обработка результатов. Массовую долю свинца в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 15027.7–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим, полярографическим, гравиметрическим либо титриметрическим методами, или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение мышьяка

Методы устанавливают правила определения содержания мышьяка в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.8–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле мышьяка:

фотометрический (от 0,001 до 0,4% As);

экстракционно-фотометрический (от 0,001 до 0,4% As).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027–77.

Фотометрический метод с предварительной отгонкой мышьяка

Суть: метод основан на выделении мышьяка аммиаком на железном коллекторе, дистилляции хлористого мышьяка и последующем фотометрическом определении мышьяка в виде мышьяковомолибденовой сини при заданной длине волны.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр; прибор для дистилляции мышьяка по ГОСТ 14204–69.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

В ГОСТ 15027.8–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для всех бронз, кроме бронзы марки БрКМц 3-1;

для бронз марок БрКМц 3-1.

Экстракционно-фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяковомолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Мышьяк от основных компонентов сплавов предварительно отделяют соосаждением с гидроксидом железа и последующей экстракцией в виде йодида мышьяка (III) четыреххлористым углеродом и реэкстракцией его водой.

В ГОСТ 15027.8–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для всех бронз, кроме бронз марок БрКМц 3-1 и Бр С-30;

для бронзы марки БрКМц 3-1;

для бронзы марки Бр С-30.

В ГОСТ 15027.8–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Обработка результатов. Массовую долю мышьяка в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 15027.8–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение сурьмы

Методы устанавливают правила определения содержания сурьмы в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.9–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле сурьмы:

экстракционно-фотометрический с кристаллическим фиолетовым (от 0,001 до 0,6% Sb);

экстракционно-фотометрический с бриллиантовым зеленым (от 0,1 до 0,65% Sb);

атомно-абсорбционный (от 0,001до 0,05 и от 0,05 до 0,6% Sb).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086-87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с кристаллическим фиолетовым

Суть: метод основан на экстракции пятивалентной сурьмы толуолом в виде гексахлорстибата кристаллического фиолетового и измерении оптической плотности экстракта после выделения сурьмы соосаждением ее с диоксидом марганца и растворении осадка в соляной кислоте.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с бриллиантовым зеленым

Суть: метод основан на экстракции толуолом окрашенного в сине-зеленый цвет гексахлорстибата бриллиантового зеленого и измерении оптической плотности экстракта.

Метод позволяет определять сурьму на фоне всех компонентов бронзы без их предварительного отделения.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Атомно-абсорбционный метод определения сурьмы (от 0,001 до 0,05% Sb)

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух после предварительного выделения сурьмы соосаждением ее с диоксида марганца.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

В ГОСТ 15027.9–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для бронз с массовой долей кремния до 0,05 и свыше 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод определения сурьмы (от 0,05 до 0,6% Sb)

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

В ГОСТ 15027.9–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю сурьмы в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТ 15027.9–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов, полученных другими методами или методом добавок в соответствии с ГОСТом 25086–87.

Определение олова

Методы устанавливают правила определения содержания олова в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.10–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле олова:

экстракционно-фотометрический с применением кверцетина (от 0,01 до 0,5% Sn);

фотометрический с применением фенилфлуорона (от 0,01 до 0,5% Sn);

полярографический (от 0,001 до 0,5% Sn);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 0,5% Sn).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Фотометрический метод определения олова с применением кверцетина

Суть: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения олова с кверцетином, экстрагируемого н-бутиловым спиртом из солянокислого раствора. Мешающее влияние железа устраняют прибавлением тиомочевины.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод определения олова с применением фенилфлуорона после отделения на анионите

Суть: метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения олова (IV) с фенилфлуороном после предварительного отделения олова от сопутствующих элементов на анионите.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод определения олова с применением фенилфлуорона после отделения соосаждением с диоксидом марганца

Суть: метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения олова с фенилфтолуолом в присутствии аскорбиновой и лимонной кислот, маскирующих железо и сурьму соответственно после предварительного отделения олова соосаждением с диоксидом марганца.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.10–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для бронз с массовой долей кремния до 0,05 и свыше 0,05%.

Полярографический метод определения олова

Суть: метод основан на отделении олова соосаждением с гидроксидом бериллия в аммиачно-хлоридном буферном растворе, содержащем трилон Б,

с последующим полярографическим определением олова на солянокислом фоне. Потенциал полуволны (пика) восстановления олова около –0,5 В (насыщенный каломельный элемент).

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1; полярограф осциллографический (любого типа) переменного тока со всеми принадлежностями; ячейка полярографическая с выносным катодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Атомно-кристаллический метод определения олова (при массовой доле олова от 0,01 до 0,25%)

Суть: метод основан на абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух или ацетилен – закись азота, после предварительного отделения олова соосаждением с диоксидом марганца.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для олова.

В ГОСТ 15027.10–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для бронз с массовой долей кремния до 0,05 и свыше 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод определения олова (при массовой доле олова от 0,25 до 0,5%)

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух или ацетилен–закись азота.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для олова.

В ГОСТ 15027.10–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления растворов, необходимых для анализа. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю олова в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 15027.10–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализов, полученных другими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение фосфора

Методы устанавливают правила определения содержания фосфора в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.11–77 с учетом ГОСТов 17328–78 и 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле фосфора:

фотометрический (от 0,001 до 1,2% Р);

экстракционно-фотометрический (от 0,002 до 0,02% Р);

экстракционно-фотометрический (от 0,001 до 0,1% Р).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании желтого фосфорнованадиевомолибденового комплекса и измерении его оптической плотности.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.11–77 приведена и подробно описана технология проведения анализа этим методом :

бронз с массовой долей олова и кремния до 0,05% при массовой доле фосфора до 0,1%;

бронз с массовой долей кремния свыше 0,05% при массовой доле фосфора до 0,1%;

бронз с массовой долей олова свыше 0,05% при массовой доле фосфора до 0,1%;

при массовой доле фосфора свыше 0,1%.

Экстракционно-фотометрический метод определения фосфора по синей окраске фосфорномолибденовой гетерополикислоты

Суть: метод основан на экстрагировании комплекса фосфора с молибденовокислым аммонием при заданном pH н-бутиловым спиртом, восстановлении его двухлористым оловом непосредственно в органической фазе до фосфорномолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.11–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для бронз, не содержащих кремния;

для кремнистых бронз.

Экстракционно-фотометрический метод определения фосфора по желтой фосфорномолибденовой гетерокислоте

Суть: метод основан на образовании желтого комплекса фосфора с молибденовокислым аммонием при заданном pH, экстрагируемого смесью хлороформа и н-бутилового спирта.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 15027.11–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для бронз, не содержащих кремния;

для кремнистых бронз.

В ГОСТ 15027.11–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описан порядок подготовки к анализу реактивов и растворов и технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю фосфора в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 15027.11–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение цинка в безоловянных бронзах

Методы устанавливают правила определения содержания цинка в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.12–77 с учетом ГОСТов 18175–78, 17328–78, 493–79).

Описаны следующие методы при массовой доле цинка:

полярографический (от 0,01 до 2% Zn);

титриметрический (при массовой доле цинка от 0,2 до 2% Zn);

атомно-абсорбционный (при массовой доле цинка от 0,01 до 10% Zn).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027–77.

Полярографический метод

Суть: метод основан на полярографическом определении цинка на фоне хлоридоноаммиачного буферного раствора после хроматографического или электролитического отделения меди.

Аппаратура: установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563-75; колонки хроматографические, выполненные из стекла, высотой 600 мм и диаметром 15 мм; полярограф осциллографический типа ПО-5122 и любой другой полярограф переменного тока; ячейка полярографическая с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

В ГОСТ 15027.12–77 описана подготовка к работе хроматографических колонок. Подробно описана технология проведения анализа этим методом с хроматографическим и электролитическим отделением меди.

Титриметрический комплексонометрический метод

Суть: метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в элюате после предварительного отделения его с помощью ионообменной хроматографии на анионите АН-31 в хлороформе.

Аппаратура: колонки стеклянные, наполненные анионитом.

В ГОСТ 15027.12–77 описаны подготовка к работе хроматографических колонок, установка титра трилона Б и др. Подробно описана технология проведения анализа для сплавов с массовой долей олова и свинца менее 0,05 и свыше 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами цинка, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для цинка.

В ГОСТ 15027.12–77 подробно описана технология проведения анализа этим методом для бронз с массовой долей:

олова и кремния до 0,05%;

олова свыше 0,05%.

В ГОСТ 15027.12–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Обработка результатов. Массовую долю цинка в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 15027.12–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным либо титриметрическим, либо полярографическим методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение бериллия

Гравиметрический метод устанавливает правила определения содержания бериллия в безоловянных бронзах при массовой доле бериллия от 1,5 до 2,5% (в соответствии с ГОСТ 15027.13–77 с учетом ГОСТ 18175–78).

Суть: метод основан на осаждении бериллия в виде фосфата, прокаливании и взвешивании прокаленного осадка. Перед осаждением бериллия медь отделяют электролизом или медь в виде аммиачного комплекса остается в фильтрате. Алюминий и железо маскируют добавлением раствора трилона Б. В присутствии титана его маскируют перекисью водорода.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Аппаратура: установка электролизная с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75; pH-метр.

В ГОСТ 15027.13–77 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю бериллия в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 15027.13 формуле.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение титана

Методы устанавливают правила определения содержания титана в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.14–77 с учетом ГОСТ 18175–78).

Описаны следующие методы при массовой доле титана:

фотометрический пероксидный (от 0,05 до 0,3% Ti);

фотометрический с применением диантипирилметана (от 0,05 до 0,3% Ti);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 0,3% Ti).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1–77.

Фотометрический пероксидный метод

Суть: метод основан на образовании титаном в сернокислой среде с пероксидом водорода желто-оранжевого комплекса и измерении его оптической плотности.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод определения титана с применением диантипирилметана

Суть: метод основан на образовании комплекса титана с диантипирилметаном в среде соляной кислоты и измерении его оптической плотности. Мешающее влияние железа устраняют введением аскорбиновой кислоты.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами титана, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – закись азота.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для титана.

В ГОСТ 15027.14–77 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю титана в процентах для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТе 15027.14–77 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализов, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение кобальта

Методы устанавливают правила определения содержания кобальта в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.15–83).

Описаны следующие методы при массовой доле кобальта:

фотометрический (от 0,01 до 0,6% Co);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 0,6% Co).

Общие требования к анализу должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании кобальтом с натрозо-Р-солью окрашенного комплексного соединения и измерении оптической плотности полученного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563–75.

Атомно-абсорбционный метод

***Суть:* метод основан на измерении абсорбции света атомами кобальта, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.**

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для кобальта.

В ГОСТ 15027.15–83 для обоих методов приведены составы реактивов с указаниями соответствующих ГОСтов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю кобальта в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 15027.15–83 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением с результатами анализа, полученными методом добавок либо другим методом в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение кадмия

Методы устанавливают правила определения содержания кадмия в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.16–86 с учетом ГОСТ 18175–78).

Описаны следующие методы при массовой доле кадмия:

атомно-абсорбционный (от 0,1 до 1,5% Cd);

полярографический (от 0,1 до 1,5% Cd).

Общие требования к анализам должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции кадмия в пламени ацетилен – воздух при заданной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для кадмия.

Полярографический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, электролитическом выделении меди и полярографическом определении кадмия на аммиачно-хлоридном фоне в заданном интервале потенциалов относительно насыщенного каломельного электрода.

Аппаратура: полярограф постоянного или переменного тока.

Приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализов растворов. Подробно описана технология проведения анализов обоими методами.

Обработка результатов. Массовую долю кадмия в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 15027.16–86 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализов, полученных методом добавок либо другим методом или в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение серебра

Методы устанавливают правила определения содержания серебра в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.17–86).

Описаны следующие методы при массовой доле серебра:

атомно-абсорбционный (от 0,02 до 2,5% Ag);

потенциометрический (от 0,4 до 2,5% Ag).

Общие требования к анализам должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции серебра в пламени ацетилен – воздух при заданной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр, источник излучения для серебра.

Потенциометрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и потенциометрическом титровании серебра йодистым калием в аммиачной среде в присутствии винной кислоты.

Аппаратура: установка для потенциометрического титрования с насыщенным каломельным электродом и индикаторным серебряным электродом.

В ГОСТ 15027.17–86 для обоих методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализов растворов. Подробно описана технология проведения анализов обоими методами.

Обработка результатов. Массовую долю серебра в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 15027.17–86 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализов, полученных методом добавок либо другим методом или в соответствии с ГОСт 25086–87.

Определение хрома

Методы устанавливают правила определения содержания хрома в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.18-86).

Описаны следующие методы при массовой доле хрома:

атомно-абсорбционный (от 0,2 до 1,5% Cr);

потенциометрический (от 0,2 до 1,5% Cr).

Общие требования к анализам должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: **метод основан на растворении пробы в азотной, фтористоводородной и хлорной кислотах и измерении атомной абсорбции хрома в пламени ацетилен – воздух или ацетилен – закись азота при заданной длине волны.**

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр.

В ГОСТ 15027.18–86 для обоих методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления растворов, необходимых для анализа. Подробно описана технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю хрома в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСт 15027.18–86 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением с результатами анализа, полученными методом добавок либо другим методом в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение теллура

Методы устанавливают правила определения содержания теллура в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.19–86).

Описаны следующие методы при массовой доле теллура:

атомно-абсорбционный (от 0,2 до 1,0% Te);

потенциометрический (от 0,2 до 1,0% Te).

Общие требования к анализам должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции теллура в пламени ацетилен – воздух при заданной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр, источник излучения для теллура.

Потенциометрический метод

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, окислении теллура (IV) титрованным раствором двухромовокислого калия до теллура (VI) и титровании его избытка раствором соли Мора.

Аппаратура: установка для потенциометрического титрования с насыщенным каломельным электродом и индикаторным платиновым электродом.

В ГОСТ 15027.19–86 для обоих методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализов растворов. Подробно описана технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю теллура в процентах для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 15027.19–86 формулам.

Контроль точности результатов анализов проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных методом добавок или другим методом в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение магния

Методы устанавливают правила определения содержания магния в безоловянных бронзах (в соответствии с ГОСТ 15027.20–88).

Описаны следующие методы при массовой доле магния:

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 0,5% Mg);

фотометрический (от 0,05 до 0,6% Mg).

Общие требования к анализам должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнениями по разд. 1 ГОСТа 15027.1–77.

Атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами магния, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух или ацетилен – закись азота.

Аппаратура: атомно-абсробционный спектрометр с источником излучения для магния.

Фотометрический метод

Суть: **метод основан на образовании магнием в щелочной среде с титановым желтым или с феназо соединения красно-фиолетового цвета и измерении оптической плотности окрашенного раствора.**

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 15027.20–88 для обоих методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСтов и описан порядок приготовления необходимых для анализов растворов. Подробно описана технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов: массовую долю магния в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 15027.20–88 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением с результатами анализа, полученными методом добавок либо другим методом в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Спектральный анализ безоловянных бронз по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектров

Метод устанавливает правила спектрального анализа безоловянных бронз по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектров (в соответствии с ГОСТ 20068.1–79).

Распространяется на безоловянные бронзы марок БрА5, БрА7, БрАМц 9-2, БрАМц 10-2, БрАЖ 9-4, БрАЖМц 10-3-1,5, БрАЖН10-4-4, БрАЖНМц 9-4-4-1, БрКМц 3-1, БрБ2, БрБНТ1,7, БрБНТ1,9 и БрКН1-3 по ГОСТ 18175–78.

Суть: метод основан на возбуждении спектра дуговым разрядом переменного тока с последующей регистрацией его на фотопластинке с помощью спектрографа. Содержание определяемых элементов находят по градуировочному графику с помощью измеренных значений разности оптических плотностей аналитических линий и «внутренних стандартов» в спектрограммах пробы.

Метод позволяет определить в безоловянных бронзах железо, никель, марганец, цинк, олово, свинец, мышьяк, алюминий, сурьму и кремний.

Интервал массовых долей определяемых элементов приведен в таблице ГОСт 20068.1–79.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086-87.

Аппаратура: спектрограф для фотографирования ультрафиолетовой области спектра со средней разрешающей способностью типа ИСП-30; микрофотометр типа МФ-2 или ИФО-460; спектропроектор ПС-18 или другого типа; стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 14263–69.

В ГОСТ 20068.1–79 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов: строят градуировочные графики по формулам, указанным в ГОСТ 20068.1–79, по которым находят массовую долю определяемых элементов в пробе.

Спектральный анализ безоловянных бронз по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектров

Метод устанавливает правила спектрального анализа безоловянных бронз по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектров (в соответствии с ГОСТ 20068.2–79).

Распространяется на безоловянные бронзы марок БрА5, БрА7, БрАМц9-2, БрАМц10-2, БрАЖМц10-3-1,5, БрАЖН10-4-4, БрАЖНМц9-4-4-1, БрКМц3-1, БрБ2,БрБНТ1,7, БрБНТ1,9, БрКН1-3 по ГОСТу 18175–78.

Суть: метод основан на возбуждении спектра дуговым униполярным разрядом, или низковольтным искровым разрядом, или дуговым разрядом переменного тока с последующей регистрацией его оптическим квантометром. Метод позволяет определять в бронзах железо, никель, марганец, цинк, олово, свинец, мышьяк, алюминий, кремний, титан.

Интервалы массовых долей определяемых элементов приведены в таблице ГОСТ 20068.2–79.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Аппаратура: фотоэлектрическая установка (квантометр) типа ДФС-10М; генератор типа ГЭУ-1.

В ГОСТ 20068.2–79 описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов: строят градуировочные графики по формулам, указанным в ГОСТ 20068.2–79, по которым находят массовую долю определяемых элементов в пробе.

Спектральный анализ безоловянных бронз по оксидным стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра

Метод устанавливает правила спектрального анализа безоловянных бронз по оксидным стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра бронз марок БрА5, БрА7, БрАМц9-2, БрАМц10-2, БрАЖ9-4, БрАЖМц10-3-1,5, БрАЖН10-4-4, БрАЖНМц9-4-4-1, БрКМц3-1, БрБ2, БрБНТ1,7, БрБНТ1,9 и БрКН1-3 по ГОСТ 18175–78 (в соответствии с ГОСТ 20068.3–79).

Суть: метод основан на использовании в качестве анализируемых образцов и стандартных образцов оксидных порошков бронз, получаемых путем растворения металла в азотной кислоте с последующим термическим разложением солей. Спрессованные в таблетки порошковые бронзы или стандартные образцы на графитовых подставках вводят в дугу постоянного тока. Регистрацию спектров производят с помощью спектрографа.

Метод дает возможность производить анализ проб в любом виде. Метод позволяет определять в безоловянных бронзах железо, никель, марганец, цинк, олово, свинец, мышьяк, алюминий, сурьму, кремний и титан.

Интервалы массовых долей определяемых элементов приведены в таблице ГОСТ 20068.3–79.

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Аппаратура: спектрограф кварцевый или дифракционный средней или большой дисперсии.; приспособления для прессования порошков (рис. 1 из ГОСТ 9716.3–79, с. 20).

В ГОСТ 20068.4–88 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа

этим методом. Описаны правила построения градуировочных графиков для определения массовой доли исследуемых элементов в пробе.

Рентгеноспектральное определение алюминия

Метод устанавливает правила определения содержания алюминия рентгеноспектральным флюоресцентным анализом в бронзе марки Бр.АЖ9-4 при массовой доле алюминия от 7,0 до 12,0% (в соответствии с ГОСТ 20068.4–88).

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Суть: метод основан на зависимости интенсивности вторичного характеристического рентгеновского излучения элементов от их процентного содержания в образце, облучаемом первичными лучами рентгеновской трубки.

Излучение от пробы поступает в спектрометрические каналы фиксированного типа, в каждом из которых с помощью кристалл-анализатора выделяется характеристическая линия одного элемента, интенсивность которой фиксируется электронно-вычислительным устройством на цифровом табло и записывается цифропечатающей машиной.

Аппаратура: спектрометр рентгеновский многоканальный типов СРМ-18, СРМ-20 или аналогичный; рентгеноспектральные приборы, соответствующие требованиям ГОСТ 24745–81; рентгеновские трубки типа БХВ-13 с палладиевым анодом или аналогичные; комплект государственных стандартных образцов (допускается использовать стандартные образцы предприятия и отраслевые стандартные образцы).

В ГОСТ 20068.4–44 подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю алюминия в пробе определяют по градуировочному графику, построенному по усредненным результатам не менее, чем двух параллельных измерений интенсивности аналитической линии.

Описаны правила контроля сходимости и воспроизводимости результатов анализов, а также контроля точности этих результатов.

10.10. БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ. Определяют медь, кремний, хром, фосфор, железо, никель, свинец, цирконий, кобальт, титан

Общие требования к методам химического анализа жаропрочных бронз

ГОСТ 23859.0–79 устанавливает общие требования к методам анализа жаропрочных бронз .

Отбор проб для анализа производят по ГОСТу 17323–71.

Чистота металлов, применяемых для приготовления стандартных растворов, должны быть не менее 99,9%.

При проведении анализов для приготовления растворов применяются реактивы квалификации не ниже ч.д.а. с указанием соответствующих ГОСТов.

Приведены требования к лабораторной измерительной посуде.

Указана требуемая погрешность при взвешивании анализируемых навесок, осадков, веществ для приготовления стандартных растворов.

Описаны правила построения градуировочных графиков при спектрофотометрических определениях и атомно-абсорбционном анализе.

Содержание контролируемых компонентов определяют параллельно в трех навесках.

Результаты определений должны периодически проверяться методами, установленными настоящим стандартом, а расхождения не должны превышать приводимых в стандарте допустимых значений для параллельных определений. При разногласиях в оценке качества бронз используются только методы, установленные настоящим стандартом.

Определение меди

Гравиметрический электролитический метод определения содержания меди в жаропрочных бронзах устанавливает правила определения содержания меди в жаропрочных бронзах (в соответствии с ГОСТ 23859.1–79).

Суть: метод основан на выделении меди электролизом при заданной силе тока и взвешивании выделившегося на катоде осадка.

Аппаратура: электролизная установка с источником питания постоянного тока, платиновые электроды по ГОСТу 6563–75.

В ГОСТ 23859.1–79 приведены материалы и составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения:

для бронз, не содержащих хрома;

для бронз, содержащих хром.

Обработка результатов. Массовую долю меди в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 23859.1–79 формулам.

Определение кремния

Методы устанавливают правила определения содержания кремния в жаропрочных бронзах (в соответствии с ГОСТ 23859.2–79).

Описаны следующие методы при массовой доле кремния:

гравиметрический (от 0,2 до 0,8% Si);

фотометрический (от 0,005 до 0,06% Si).

Гравиметрический метод

Суть: метод основан на выделении кремния в виде кремниевой кислоты, прокаливании осадка до диоксида кремния и последующем удалении кремния в виде тетрафторида. Содержание кремния рассчитывают по разности масс осадка до и после обработки фтористоводородной кислотой.

Фотометрический метод определения кремния

Суть: метод основан на образовании кремнием желтой молибденокремниевой кислоты и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр.

В ГОСТ 23859.2–79 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих хрома (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,06%);

для сплавов, содержащих хром (при массовой доле кремния от 0,005 до 0,06%).

В ГОСТ 23859.2–79 для обоих методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Описана технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю кремния в процентах вычисляют для обоих методов анализа по приведенным в ГОСТ 23859.2–79 формулам.

Определение хрома

Титриметрический метод определения хрома в жаропрочных бронзах устанавливает правила определения его содержания при массовой доле хрома от 0,15 до 0,9% (в соответствии с ГОСТ 23859.3–79).

Суть: метод основан на окислении хрома (III) до хрома (VI) надсернокислым аммонием в сернокислой среде в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора, восстановлении хрома (VI) избыточным количеством соли Мора и определении избытка железа (II) потенциометрическим титрованием раствором двухромовокислого калия или раствором марганцево-кислого калия с визуальным установлением конца титрования.

Аппаратура: потенциометр типа ЛПМ-60 или другой равноценный прибор, электрод платиновый типа ЭТПЛ-01м, электрод сравнения ртутносульфатный.

В ГОСТ 23859.3–79 подробно описаны составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов, порядок подготовки к анализу.

Описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю хрома в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 23859.3 формуле.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализов, полученных титриметрическим и гравиметрическим либо атомно-абсорбционным методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение фосфора

Фотометрический метод определения фосфора в жаропрочных бронзах устанавливает правила определения содержания фосфора при его массовой доле от 0,005 до 0,012% (в соответствии с ГОСТ 23859.4–79).

Суть: метод основан на образовании желтого фосфорнованадиевого молибденового комплекса и измерении его оптической плотности.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 23859.4–79 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю фосфора в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 23859.4–79 формуле.

Определение железа

Фотометрические методы устанавливают правила определения содержания железа при его массовой доле от 0,01 до 0,06% (в соответствии с ГОСТ 23859.5–79).

Фотометрический метод определения железа с применением 1,10-фенантролина или 2,2'-дипиридила

Суть: метод основан на предварительном выделении железа соосаждением с гидроксидом алюминия и образовании железом (II) окрашенного комплекса с 1,10-фенантролином или 2,2'-дипиридилом при pH5 в присутствии солянокислого гидроксиламина и измерении оптической плотности раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод определения железа с применением сульфосалициловой кислоты

Суть: метод основан на образовании железом (III) окрашенного в желтый цвет комплекса с сульфосалициловой кислотой в аммиачном

растворе при pH 8–10 после выделения железа соосаждением с гидроксидом алюминия.

Аппаратура: фотоколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 23859.5–79 для обоих методов приведены составы растворов и реактивов с указанием соответствующих ГОСТов. Описан порядок подготовки к анализу этим методом. Подробно описана технология проведения анализа:

для бронз, содержащих хром;

для бронз, не содержащих хрома.

Обработка результатов. Массовую долю железа в процентах для обоих методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 23859.5–79 формулам.

Определение никеля

Фотометрический метод определения содержания никеля в жаропрочных бронзах устанавливает правила проведения анализа при массовой доле никеля от 0,4 до 0,9% (в соответствии с ГОСТ 23859.6–79).

Суть: метод основан на образовании никелем окрашенного соединения с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 23859.6–79 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения этим методом:

для бронз, содержащих хром;

для бронз, не содержащих хрома.

Обработка результатов. Массовую долю никеля в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 23859.6–79 формуле.

Определение свинца

Полярографический метод устанавливает правила определения содержания свинца в жаропрочных бронзах при его массовой доле от 0,002 до 0,006% (в соответствии с ГОСТ 23859.7–79).

Суть: метод основан на выделении свинца соосаждением гидроксидом железа (III) в аммиачной среде и последующем определении его на полярографе переменного тока на фоне 1 М фосфорной кислоты. Максимум тока восстановления свинца регистрируется при –0,55 В.

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1, ячейка полярографическая с выносным анодом (насыщенным каломельным электродом) и ртутным капающим электродом.

В ГОСТ 23859.7–79 подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения этим методом:

для бронз, содержащих хром;

для бронз, не содержащих хрома.

Обработка результатов. Массовую долю свинца в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 23859.7–79 формуле.

Определение циркония

Методы устанавливают правила определения содержания циркония в жаропрочных бронзах при его массовой доле от 0,005 до 0,3% (в соответствии с ГОСТ 23859.8–79).

Фотометрический метод определения циркония с применением арсеназо III в 8 М соляной кислоте, содержащей 20% ацетона (при массовой доле циркония от 0,005 до 0,3%)

Суть: метод основан на образовании цирконием окрашенного комплекса с арсеназо III в 8 М соляной кислоте, содержащей 25% ацетона, и измерении оптической плотности раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод определения циркония с применением арсеназо III в 2 М соляной кислоте (при массовой доле циркония от 0,05 до 0,3%).

Суть: метод основан на образовании цирконием окрашенного комплекса с арсеназо III в 2 М соляной кислоте и измерении оптической плотности раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 23859.8–79 приведены составы реактивов и растворов с указаниями соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю циркония в процентах вычисляют для обоих методов по приведенным в ГОСТ 23859.8–79 формулам.

Фотометрическое определение кобальта

Метод устанавливает правила определения содержания кобальта в жаропрочных бронзах при его массовой доле от 1 до 2% (в соответствии с ГОСТ 23859.9–79).

Суть: метод основан на взаимодействии кобальта (II) с нитрозо-Р-солью, в процессе которого кобальт (II) окисляется до кобальта (III) с образованием окрашенного в красный цвет комплекса, отличающегося высокой прочностью. Измеряют оптическую плотность раствора комплекса при определенной заданной длине волны.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 23859.9–79 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов.

Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю кобальта в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 23859.9–79 формуле.

Фотометрическое определение титана

Метод устанавливает правила определения содержания титана в жаропрочных бронзах при его массовой доле от 0,02 до 0,09% (в соответствии с ГОСТ 23859.10–79).

Суть: метод основан на образовании титаном в сернокислой среде с пероксидом водорода желто-оранжевого комплекса и измерении оптической плотности полученного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 23859.10–79 приведены составы растворов и реактивов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Массовую долю титана в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 23859.10–79 формуле.

Определение хрома, никеля, кобальта, железа, цинка и магния

Метод атомно-абсорбционной спектрометрии устанавливает правила определения содержания хрома, никеля, кобальта, железа, цинка и магния в жаропрочных бронзах (в соответствии с ГОСТ 23859.11–90).

Метод рекомендован для определения основных компонентов и примесей в жаропрочных бронзах в следующих интервалах концентраций,%:

хром от 0,1 до 0,9;
никель от 0,005 до 0,9;
кобальт от 1,0 до 1,8;
железо от 0,005 до 0,06;
цинк от 0,0008 до 0,02;
магний от 0,0005 до 0,003.

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами элемента, образующимися при введении анализируемого раствора в воздушно-ацетиленовое пламя.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр, лампы с полым катодом.

В ГОСТ 23859.11–90 подробно описаны способы приготовления растворов для определения содержания приведенных выше элементов. Даны составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов, описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения этим методом , в том числе приготовление градуировочных растворов. Там же приведены таблицы условий измерения определяемых элементов.

Обработка результатов. Для определения содержания элементов строят градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс содержание элемента в процентах, а по оси ординат – поглотительную способность,

соответствующую определяемому элементу в каждом градуировочном растворе. По значениям поглотительной способности определяемых элементов в растворах анализируемых проб находят содержание элемента.

Абсолютные допустимые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величин, рассчитанных по приведенным в ГОСТ 23859.11–79 формулам.

10.11. НИКЕЛЬ, НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНОНИКЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ. Определяют медь, никель, никель + кобальт, цинк, железо, марганец, кремний, алюминий, кобальт, углерод, вольфрам, магний, мышьк, хром, сурьму, цинк + кадмий + свинец + висмут + олово, висмут, серу, фосфор, свинец, титан, олово, кальций

Методы определения меди

Методы устанавливают правила определения содержания меди в никелевых и медно-никелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.1–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле меди:

электрогравиметрический (свыше 25% Cu);

экстракционно-фотометрический (от 0,005 до 0,6% Cu);

фотометрический (от 0,05 до 0,6% Cu);

полярографический (от 0,05 до 0,6% Cu);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 0,6% Cu).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Электрогравиметрический метод определения содержания меди

Суть: метод основан на кислотном растворении пробы, выделении меди электролизом на платиновом катоде при заданной силе тока и определении остаточной меди в электролите атомно-абсорбционным методом при определенной длине волны в пламени ацетилен–воздух или фотометрическим методом с купризоном или с пикрамин-эпсилоном.

Аппаратура: электролизная установка постоянного тока, платиновые электроды, атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для меди, фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.1–92 описан порядок подготовки к анализу. Подробно описана технология проведения анализа:

для сплавов, содержащих не более 0,05% Pb и 0,1% Si;

для свинцовистого нейзильбера;

для сплавов, содержащих свыше 0,1% Si;

для определения остаточной меди в электролите (методами атомно-абсорбционной спектрометрии, фотометрическим с купризоном и фотометрическим с пикрамин-эпсилоном).

Экстракционно-фотометрический метод определения содержания меди

Суть: метод основан на замещении ионами меди ионов свинца в его диэтилдитиокарбаминатном комплексе, растворенном в хлороформе, и измерении оптической плотности полученного экстракта диэтилдитиокарбамината меди.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.1–92 подробно описана технология проведения анализов:

для сплавов, содержащих менее 0,1% Si и не содержащих хрома и вольфрама;

для сплавов, содержащих вольфрам;

для сплавов, содержащих свыше 0,1% Si и Cr.

Полярографический метод определения меди

Суть: метод основан на полярографическом определении меди без отделения от основных компонентов сплава по волне восстановления меди (II) на ртутном капающем электроде в солянокислом растворе.

Аппаратура: полярограф переменного тока различных марок, ячейка с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и ртутный капающий электрод.

В ГОСТ 6689.1–92 подробно описана технология проведения анализов:

для сплавов, содержащих менее 0,1% Si и не содержащих хрома и вольфрама;

для сплавов, содержащих вольфрам;

для сплавов, содержащих хром и более 0,1% Si;

для определения меди методом добавок.

Фотометрический метод определения меди

Суть: метод основан на образовании ионами меди при pH 1,0 – 1,5 комплексного соединения с пикрами-эпсилоном и измерении оптической плотности полученного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.1–92 подробно описана технология проведения анализов:

для сплавов, содержащих менее 0,1% Si и не содержащих хрома и вольфрама;

для сплавов, содержащих вольфрам;

для сплавов, содержащих свыше 0,1% Si и Cr.

Атомно-абсорбционный метод определения меди

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами меди, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для меди.

В ГОСТ 6689.1–92 подробно описана технология проведения анализа:

для сплавов, не содержащих кремния, хрома, вольфрама и титана;

для сплавов, содержащих кремний, титан и хром

для сплавов, содержащих вольфрам.

В ГОСТ 6689.1–92 для всех методов приведены составы растворов и реактивов с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов. Массовую долю меди в процентах для всех методов вычисляют по приведенной в ГОСТ 6689.1–92 формуле.

Для всех методов контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам, или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленных из никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–78, либо методом

добавок, либо сопоставлением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение никеля

Методы устанавливают правила определения никеля в никелевых и медно-никелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.2–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы: при массовой доле никеля

гравиметрический (свыше 0,5% Ni);

титриметрический (свыше 0,5% Ni);

атомно-абсорбционный (от 0,5 до 7% Ni).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Гравиметрический метод определения никеля

Суть: метод основан на осаждении никеля в аммиачном растворе диметилглиоксимом в виде малорастворимого внутрикомплексного соединения в присутствии лимонной или винной кислоты.

В ГОСТ 6689.2–92 подробно описана технология проведения анализа:

для сплавов, содержащих менее 0,5% Cu, кроме сплава хромель;

для сплава хромель;

для сплавов, содержащих свыше 0,5% Cu (кроме сплавов МНЖКТ 5-1-0,2-0,2, нейзильбер и манганин);

для сплава МНЖКТ 5-1-0,2-0,2;

для сплавов нейзильбер и манганин.

Титриметрический метод определения никеля

Суть: метод основан на осаждении никеля в аммиачном растворе диметилглиоксимом в виде малорастворимого внутрикомплексного соединения в присутствии лимонной или винной кислоты и определении никеля комплексонометрическим титрованием с эриохром черным Т в качестве индикатора.

В ГОСТ 6689.2–92 подробно описана технология проведения анализа:

для сплавов с массовой долей меди менее 0,5%, кроме сплава хромель;

для сплава хромель;

для сплавов с массовой долей меди свыше 0,5% (кроме сплавов МНЖКТ 5-1-0,2-0,2, нейзильбер и манганин);

для сплавов МНЖКИ 5-1-0,2-0,2;

для сплавов нейзильбер и манганин.

Атомно-абсорбционный метод определения никеля

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами никеля, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для никеля.

В НРСИ 6689.2–92 подробно описана технология проведения анализа:

для сплавов, не содержащих кремния и титана;

для сплавов, содержащих кремний и титан.

В ГОСТ 6689.2–92 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов. Массовую долю никеля в процентах для всех методов вычисляют по приведенной в ГОСТ 6689.2–92 формуле.

Контроль точности результатов анализа для всех методов анализа проводят по Государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленных из никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение суммы никеля и кобальта

Электрогравиметрический метод определения суммарного содержания никеля и кобальта в никелевых и медноникелевых сплавах устанавливает правила определения суммы никеля и кобальта при их массовой доле свыше 0,5% в них (в соответствии с ГОСТ 6689.3–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Распространяется на все сплавы, кроме сплава хромель.

Суть: метод основан на электролитическом осаждении никеля и кобальта из аммиачной среды в присутствии сернокислого аммония.

Допускается определение суммарной доли никеля и кобальта сложением результатов раздельного определения никеля по ГОСТ 6689.2–92 и кобальта по ГОСТ 6689.9–92.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Аппаратура: электролизная установка постоянного тока, платиновые электроды по ГОСТ 6563–75.

В ГОСТ 6689.3–92 приведены составы растворов и реактивов с указанием соответствующих ГОСТов.

Подробно описана технология проведения анализов для сплавов, содержащих:

менее 0,05% Cu и менее 0,1% Si;

менее 0,05% Cu и более 0,1% Si;

более 0,05% Cu и менее 0,1% Si;

более 0,05% Cu и более 0,1% Si,

а также для сплава нейзильбер.

Обработка результатов. Массовую долю суммы никеля и кобальта во всех сплавах вычисляют по приведенной в ГОСТ 6689.3–92 формуле.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленных из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315– , в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение цинка

Методы устанавливают правила определения содержания цинка в никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.4–92 с учетом ГОСТ 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле цинка:

титриметрические комплексонометрические (от 17 до 30% Zn);

полярографический (от 0,1 до 0,6% Zn);

атомно-абсорбционный (от 0,001 до 0,6% Zn).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Экстрационно-титриметрический метод определения цинка

Суть: метод основан на комплексонометрическом титровании цинка после его экстракционного выделения в виде роданидного комплекса метилизобутилкетоном из солянокислого раствора, содержащего тиомочевину и цитрат – ионы для маскирования мешающих определению элементов.

ГОСТ 6689.4–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, содержащих менее 0,03 Co и более 0,03% Co.

Титриметрический метод определения цинка с отделением цинка на анионите

Суть: метод основан на комплексонометрическом титровании цинка после его отделения на сильноосновном анионите.

Аппаратура: колонки стеклянные ионообменные.

В ГОСТ 6689.4–92 указан порядок подготовки к анализу хроматографических колонок и составления реактивов. Подробно описана технология проведения анализа для сплавов с массовой долей олова и свинца свыше 0,05 и до 0,05%.

Полярографический метод определения цинка

Суть: метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, или смеси азотной и фтористоводородной кислот (при массовой доле кремния свыше 0,5%), или смеси бромистоводородной кислоты и брома (при массовой доле олова и свинца свыше 0,05%), отделении меди электролитически или хроматографически на анионите, состоящем из 2 моль/дм^2 раствора соляной кислоты, и полярографическом определении цинка на хлоридноаммиачном фоне в интервале потенциалов от –1 до –1,5 В относительно насыщенного каломельного электрода.

Аппаратура: колонки ионообменные, полярограф переменного тока с принадлежностями (допускается применение других полярографов).

В ГОСТ 6689.4–92 описана подготовка к работе ионообменных колонок. Подробно изложена технология проведения анализа для сплавов с массовой долей:

олова, свинца и кремния менее 0,05%;

олова и свинца свыше 0,05%;

кремния свыше 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод определения цинка

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами цинка, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для цинка.

В ГОСТ 6689.4–92 подробно описана технология проведения анализа для сплавов:

не содержащих кремния, олова и вольфрама;

с массовой долей олова свыше 0,05%;

с массовой долей кремния свыше 0,05%;

содержащих вольфрам.

В ГОСТ 6689.4–92 для всех методов приведены составы растворов и реактивов с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов. Массовую долю цинка в процентах для всех методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.4-92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок, либо сопоставлением результатов, полученных полярографическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение железа

Методы устанавливают правила определения содержания железа в никелевых и медно-никелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.5–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле железа:

фотометрический (от 0,001 до 0,1% Fe);

титриметрический (от 0,4 до 6,5% Fe);

атомно-абсорбционный (от 0,004 до 6,5% Fe).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Фотометрический метод определения железа с применением 1.10-фенантролина или а,а'-дипиридила

Суть: метод основан на измерении оптической плотности раствора, содержащего комплекс железа (II) с 1.10-фенантролином или а,а'-дипидирилом, в присутствии солянокислого гидроксиламина после предварительного выделения железа соосаждением с гидроксидом алюминия.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.5–92 подробно описана технология проведения анализа:

для сплавов, содержащих не менее 0,1% Si или Cr и не содержащих вольфрама;

для сплавов, содержащих свыше 0,1% Cr или Si;

для сплавов, содержащих вольфрам.

Титриметрический метод определения железа

Суть: метод основан на титровании железа (II) раствором двухромовокислого калия после предварительного восстановления железа (III) до железа (II) двухлористым оловом с потенциометрической или визуальной индикацией конечной точки титрования по дифениламину в качестве индикатора.

Аппаратура: потенциометр с хлорсеребряным электродом сравнения и платиновым индикаторным электродом.

В ГОСТ 6689.5–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Атомно-абсорбционный метод определения железа

Суть: метод основан на измерении абсорбции атомами железа, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для железа.

В ГОСТ 6689.5–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

не содержащих олова, кремния, хрома, вольфрама и титана;

с массовой долей олова свыше 0,05%;

содержащих кремний, титан и хром;

содержащих вольфрам.

В ГОСТ 6689.5–92 для всех сплавов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов. Массовую долю железа в процентах для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.5–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или титриметрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086–87 .

Определение марганца

Методы устанавливают правила определения содержания марганца в никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.6–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле марганца:

титриметрический (от 0,5 до 15% Mn);

фотометрический (от 0,001 до 1,5% Mn);

атомно-абсорбционный (от 0,001 до 6% Mn).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Титриметрический метод определения марганца

Суть: метод основан на окислении двухвалентного марганца до семивалентного надсернокислым аммонием в кислой среде в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора и титровании раствором серноватисто-кислого натрия до обесцвечивания раствора или солью Мора с потенциометрической или визуальной индикацией конца титрования.

Аппаратура: потенциометр pH-340 или другой прибор того же класса точности; электрод индикаторный – платиновый электрод ЭТПЛ-01М; электрод сравнения – хлорсеребряный электрод ЭВЛ-1М.

В ГОСТ 6689.6–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, содержащих менее 0,1% Si (потенциометрическое титрование раствором соли Мора, визуальное титрование раствором соли Мора, титрование раствором серноватистокислого натрия);

для сплавов, содержащих свыше 0,1% Si.

Фотометрический метод определения марганца

Суть: метод основан на измерении оптической плотности окраски марганцовой кислоты после окисления двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

содержащих менее 0,1% Si и не содержащих хрома и вольфрама;

содержащих вольфрам;

содержащих свыше 0,1% Cr и Si.

Атомно-абсорбционный метод определения марганца

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами марганца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для марганца.

В ГОСТ 6689.6–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

не содержащих олова, кремния, хрома, вольфрама и титана;

с массовой долей олова свыше 0,05%;

содержащих кремний, титан, хром;

содержащих вольфрам.

В ГОСТ 6689.6–92 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов. Массовую долю марганца в процентах вычисляют для всех методов по формулам, приведенным в ГОСТ 6689.6–92.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок, либо сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или титриметрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение кремния

Методы устанавливают правила определения содержания кремния в никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.7–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле кремния:

гравиметрический (от 0,1 до 1,6% Si);

фотометрические (от 0,001 до 0,1 и от 0,01 до 0,3% Si).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд.1 ГОСТ 6689.1–92.

Гравиметрический метод определения кремния

Суть: метод основан на выделении кремния в виде кремниевой кислоты, прокаливания ее до lbjrcblf кремния и удаленib в виде тетрафторида кремния. Содержание кремния рассчитывают по разности массы осадка до и после его обработки фтористоводородной кислотой.

Экстракционно-фотометрический метод определения кремния (от 0,001 до 0,1%)

Суть: метод основан на образовании кремнемолибденовой кислоты, экстракции ее бутиловым спиртом, восстановлении ее в экстракте до кремнемолибденовой сини и измерении интенсивности образовавшейся окраски.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр.

В ГОСТ 6689.7–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов, не содержащих вольфрама и содержащих вольфрам.

Фотометрический метод определения кремния (от 0,01 до 0,3%)

Суть: метод основан на образовании кремнием желтой кремнемолибденовой кислоты и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.7–92 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом для всех сплавов.

Обработка результатов. Массовую долю кремния в процентах для всех методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.7–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по

стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение алюминия

Методы устанавливают правила определения содержания алюминия в никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.8–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле алюминия:

титриметрический (от 1 до 3,5% Al);

фотометрический (от 0,05 до 0,5% Al);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 3,5% Al).

Общие требования к методам испытаний должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Титриметрический метод определения алюминия

Суть: метод основан на связывании всех компонентов анализируемого сплава в комплексы раствором трилона Б, титровании избытка трилона Б раствором сульфата меди, разложении комплексоната алюминия фторидом аммония или натрия и последующем определении алюминия титрованием стандартным раствором меди (II) амперометрически или в присутствии индикатора 1(2-пиридилазо)-2-нафтола.

Аппаратура: pH-метр (любой прибор класса pH 340) со всеми принадлежностями, установка для титрования с амперометрической индикацией конечной точки титрования, схема которой дана на рис. 189.

В ГОСТ 6689.8–92 описана подробно технология проведения анализа этим методом для сплавов куниаль и алюмель.

Фотометрический метод определения алюминия

Суть: метод основан на измерении оптической плотности комплексного соединения алюминия с эриохромцианином или хромазуролом после отделения алюминия соосаждением с гидроксидом железа.

Аппаратура: PH-метр (любой прибор класса pH 340) со всеми принадлежностями.

В ГОСТ 6689.8–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплава манганин;

для сплава хромель;

для сплавов, содержащих вольфрам;

для остальных сплавов.

Атомно-абсорбционный метод определения алюминия

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами алюминия, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – закись азота.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для алюминия.

В ГОСТ 6689.8–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих кремния и хрома;

для сплавов, содержащих кремний и хром.

В ГОСТ 6689.8–92 для всех методов приведены составы растворов и реактивов с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов. Массовую долю алюминия в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 6689.8-92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок, либо сопоставлением результатов, полученных титриметрическим или фотометрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение кобальта

Методы устанавливают правила определения содержания кобальта в никелевых и медно-никелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.9–92 с учетом ГОСТ 492–73 и 19241–80) при массовой доле кобальта от 0,02 до 1,5%.

Описаны фотометрический и атомно-абсорбционный методы.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Фотометрический метод определения кобальта

Суть: метод основан на образовании окрашенного в красный цвет соединения кобальта с нитрозо-Р-солью и измерении его оптической плотности.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.9–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, содержащих свыше 0,1% Cr и Si;

для сплавов с массовой долей кремния менее 0,1%.

Атомно-абсорбционный метод определения кобальта

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами кобальта, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для кобальта.

В ГОСТ 6689.9–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, не содержащих кремния, хрома и вольфрама;

для сплавов, содержащих кремний и хром;

для сплавов, содержащих вольфрам.

В ГОСТ 6689.9–92 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов. Массовую долю кобальта в процентах для обоих методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.9–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и меднoникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок, либо сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение углерода

Методы устанавливают правила определения содержания углерода в никелевых и медно-никелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.10–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле:

потенциометрический (углерода от 0,002 до 0,3% С);

волюмометрический (от 0,01 до 0,3% С);

метод с применением автоматических и полуавтоматических анализаторов (от 0,002 до 0,3% С).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Потенциометрический метод определения углерода

Суть: метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при 1350–1400 °С, поглощении образующегося диоксида углерода раствором хлористого бария и гидрата оксида бария и титровании этого раствора гидратом оксида бария до первоначального значения pH.

Аппаратура: установка для определения углерода. Схема установки (рис. 191) и описание работы на ней при подготовке и проведении анализа даны в ГОСТ 6689.10–92.

Волюмометрический метод определения углерода

Суть: метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при 1350–1400 °С, поглощении образующегося диоксида углерода раствором едкого кали. По разности первоначального объема газа и его объема после поглощения диоксида углерода раствором гидроксида калия находят содержание углерода.

Аппаратура: установка для определения углерода. Дана схема установки (рис. 191) и описание работы на ней при подготовке и проведении анализа.

Метод определения углерода с применением автоматических и полуавтоматических анализаторов.

Суть: метод основан на определении углерода с помощью газоанализатора, обеспечивающего сжигание навески пробы сплава в токе

кислорода при 1300–1800 °С в присутствии плавня. Массовую долю углерода в процентах определяют по количеству образовавшегося диоксида углерода измерением количества поглощенных им инфракрасных лучей (ИК-спектроскопия) или на поглощении образовавшегося диоксида углерода слабощелочным раствором и определении углерода (в зависимости от типа газоанализатора) кулонометрическим, кондуктометрическим или амперометрическим методами.

Аппаратура: анализатор любого типа, оборудованный печью для сжигания пробы в токе кислорода с детектором, работающим на принципе ИК-спектроскопии или другом приведенном выше принципе.

В ГОСТ 6689.10–92 подробно описаны правила настройки прибора и технология выполнения анализа на указанном приборе.

В ГОСТ 6689.10–92 для всех методов приведены составы реактивов, растворов и материалы с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов. Массовую долю углерода в процентах вычисляют для всех методов анализа по приведенным в ГОСТ 6689.10–92 формулам.

При полностью автоматизированном анализе на цифровой индикации указывается непосредственно результат анализа.

Контроль точности анализа для всех методов гарантируется выполнением рабочего режима установки в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение вольфрама

Гравиметрический метод устанавливает правила определения содержания вольфрама в никелевых и медноникелевых сплавах при его массовой доле от 2 до 4% (в соответствии с ГОСТ 6689.11–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Гравиметрический метод определения вольфрама

Суть: метод основан на выделении вольфрама в виде вольфрамовой кислоты, отделении осадка и прокаливании его до триоксида вольфрама. Осадок взвешивают, обрабатывают раствором гидроксида натрия, отфильтровывают и прокаливают. Содержание вольфрама рассчитывают по разности массы осадка до и после его обработки раствором гидроксида натрия.

В ГОСТ 6689.11–92 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю вольфрама в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 6689.11–92 формуле.

Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение магния

Методы устанавливают правила определения содержания магния в никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.12–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле магния:

фотометрический (от 0,005 до 0,2% Mg);

атомно-абсорбционный (от 0,002 до 0,2% Mg).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Фотометрический метод определения магния

Суть: метод основан на образовании магнием в щелочной среде с титановым желтым соединения розового цвета и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

В ГОСТ 6689.12–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов, содержащих:

хром;

алюминий;

свыше 0,5% Mn;

содержащих вольфрам, и для остальных сплавов.

Атомно-абсорбционный метод определения магния

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами магния, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух или ацетилен – закись азота.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения магния.

В ГОСТ 6689.12–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

не содержащих олова, кремния, хрома и вольфрама;

с массовой долей олова свыше 0,05%;

содержащих кремний и хром;

содержащих вольфрам.

В ГОСТ 6689.12–92 для всех методов приведены составы реактивов и используемые материалы с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов: массовую долю магния в процентах для всех методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.12–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам, или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок либо сопоставлением результатов, полученных другим методом в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение мышьяка

Методы устанавливают правила определения содержания мышьяка в никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.13–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле мышьяка:

фотометрические (от 0,0005 до 0,5% As);

атомно-абсорбционный (от 0,005 до 0,05% As).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Экстракционно-фотометрический метод определения мышьяка

Суть: метод основан на образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином до мышьяковомодибденовой сини. Метод включает в себя отделение мышьяка от основных компонентов сплавов соосаждением с гидроксидом железа с последующей экстракцией в виде йодида мышьяка (III) четыреххлористым углеродом и реэкстракцией его водой.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.13–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

содержащих менее 0,1% Si и не содержащих хрома и вольфрама;

с массовой долей кремния свыше 0,1%;

содержащих хром;

содержащих вольфрам.

Фотометрический метод определения мышьяка

Суть: метод основан на образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до мышьяковомолибденовой сини. Предварительно мышьяк от основных компонентов сплавов отделяют соосаждением с гидроксидом железа с последующим выделением мышьяка дистилляцией треххлористого мышьяка из солянокислого раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, аппарат для дистилляции мышьяка или другой прибор подобного типа. Приведены схема аппарата (рис. 192) и описание работы на нем при проведении анализа.

В ГОСТ 6689.13–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом:

для сплавов, содержащих кремний;

для сплавов, содержащих хром;

для сплавов, содержащих вольфрам.

Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

Суть: метод основан на растворении пробы в кислотах, выделении мышьяка соосаждением с гидроксидом железа, растворении осадка в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции мышьяка в пламени ацетилен – воздух или ацетилен – закись азота при заданной длине волны.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для мышьяка.

В ГОСТ 6689.13–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов, содержащих кремний не более 0,05 и свыше 0,05%.

В ГОСТ 6689.13–92 для всех методов приведены составы растворов и используемых материалов с указанием соответствующих ГОСТов.

Обработка результатов. Массовую долю мышьяка в процентах для всех методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.13–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых или медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок, либо сопоставлением результатов, полученных фотометрическими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение хрома

Методы устанавливают правила определения содержания хрома в никелевых и медноникелевых сплавах (по ГОСТ 6689.14–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле хрома:

титриметрический (от 8 до 11% Cr);

атомно-абсорбционный (от 8 до 11% Cr).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Титриметрический метод определения хрома

Суть: метод основан на окислении хрома (III) до хрома (IV) надсернокислым аммонием в сернокислой среде в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора, восстановлении хрома (IV) стандартным раствором соли Мора и определении избытка железа (II) потенциометрическим титрованием раствором двухромовокислого калия или титрованием раствором марганцевокислого калия с визуальной индикацией конца титрования.

Аппаратура: потенциометр типа ЛПМ-60М, pH-340 или любой прибор того же класса; электрод платиновый ЭТПЛ-ОГМ; электрод сравнения ртутно-сульфатный.

Атомно-абсорбционный метод определения хрома

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами хрома, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для хрома.

В ГОСТ 6689.14–92 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю хрома в процентах вычисляют при анализе обоими методами по приведенным в ГОСТ 6689.14–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086–87

Определение сурьмы

Методы устанавливают правила определения содержания сурьмы в никелевых и медно-никелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.15–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле сурьмы:

экстракционно-фотометрические (от 0,0005 до 0,01% Sb);

полярографические (от 0,0005 до 0,01% Sb);

атомно-абсорбционный (от 0,001 до 0,05% Sb).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с применением бриллиантового зеленого.

Суть: метод основан на образовании пятивалентной сурьмой в солянокислой среде гексахлорстибата бриллиантового зеленого, экстракции его толуолом и измерении оптической плотности экстракта. В случае медноникелевых сплавов сурьму предварительно отделяют соосаждением с метаоловянной кислотой.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.15–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

с массовой долей кремния и хрома менее 0,1%, не содержащих вольфрама;

с массовой долей кремния и хрома более 0,1%;

содержащих вольфрам;

для медноникелевых сплавов

Описано построение градуировочных графиков для определения сурьмы.

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с применением кристаллического фиолетового (от 0,001 до 0,01% Sb)

Суть: метод основан на образовании пятивалентной сурьмой в солянокислой среде гексахлористибата кристаллического фиолетового, экстракции его толуолом и измерении оптической плотности окрашенного экстракта после отделения сурьмы от основных компонентов сплавов.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.15–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

с массовой долей кремния менее 0,1%, не содержащих хрома и вольфрама;

с массовой долей кремния более 0,1%;

содержащих хром;

содержащих вольфрам.

Описано построение градуировочных графиков для определения сурьмы.

Полярографические методы определения сурьмы

Суть: методы основаны на предварительном отделении сурьмы соосаждением с гидратированным диоксидом марганца с последующим полярографическим определением сурьмы на соляно-кислом фоне:

при массовой доле сурьмы менее 0,005% определение проводят методом инверсионной вольтамперометрии со стационарным ртутным электродом;

при массовой доле сурьмы свыше 0,005% определение проводят полярографическим методом с ртутным капающим электродом.

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1 или осциллографический полярограф типа ПО-5122; ячейка полярографическая с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и с ртутным стационарным электродом или ртутным капающим электродом.

В ГОСТ 6689.15–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

с массовой долей кремния менее 0,1%, не содержащих хрома и вольфрама;

с массовой долей кремния свыше 0,1%;

содержащих хром;

содержащих вольфрам;

Атомно-абсорбционный метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,001 до 0,005%)

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух после предварительного выделения сурьмы соосаждением ее с диоксидом марганца.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

В ГОСТ 6689.15–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов с массовой долей кремния до 0,05 и свыше 0,05%.

Описано построение градуировочных графиков для определения содержания сурьмы.

В ГОСТ 6689.15–92 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Обработка результатов. Массовую долю сурьмы в процентах для всех методов анализа вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.15–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок либо сопоставлением результатов, полученных другими методами, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение цинка, кадмия, свинца, висмута и олова

Методы устанавливают правила определения содержания цинка, кадмия, свинца, висмута и олова в никеле, никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.16–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы:

полярографические (при массовых долях: цинка от 0,0005 до 0,6%; кадмия – от 0,0001 до 0,003%; свинца – от 0,0002 до 0,02%; висмута – от 0,0001 до 0,005%; олова от 0,0001 до 0,003%);

вольтамперометрические (при тех же количествах массовых долей указанных выше элементов).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением разд. 1 ГОСТ 6689.1–92).

Полярографический метод определения кадмия, цинка, свинца и висмута

Суть: метод основан на предварительном отделении кадмия, цинка, свинца и висмута от основных компонентов сплавов методом ионообменной хроматографии и последующем их полярографическом определении. При массовой доле примесей менее 0,0005% определение проводят методом инверсионной вольтамперометрии, а при их массовой доле более 0,0005% используют метод осциллографической или переменнотоковой полярографии.

Аппаратура: колонки хроматографические; полярограф переменного тока типа ППТ-1 или осциллографический полярограф ПО-512; ячейка полярографическая с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и с ртутным пленочным или капающим электродом.

В ГОСТ 6689.16–92 описана подготовка хроматографических колонок к работе.

Подробно описана технология проведения анализа для сплавов:

содержащих вольфрам;

содержащих кремний, хром и титан.

Приведена технология:

определения свинца и кадмия методом инверсионной вольтамперометрии;

полярографического определения кадмия, свинца и цинка при массовой доле цинка менее 0,02%;

полярографического определения цинка при егомассовой доле свыше 0,02%;

определения висмута методом инверсионной вольтамперометрии;

полярографического определения висмута;

определения кадмия, свинца, цинка и висмута методом добавок.

Полярографический метод определения свинца, висмута и олова

Суть: метод основан на предварительном отделении свинца, висмута и олова от основных компонентов сплава соосаждением с гидроксидом железа в аммиачном растворе и последующем полярографическом определении свинца и висмута на фоне 1 моль/дм^3 раствора хлористого аммония, содержащего 200 г/дм^3 лимонной кислоты или на фоне 1 моль/дм^3 соляной кислоты с хинолином, а также свинца и олова на фоне 0,5 моль/дм^3 щавелевой кислоты в присутствии метиленового голубого.

При массовой доле свинца, олова и висмута менее 0,0005% их определение проводят методом инверсионной вольтамперометрии с ртутным стационарным электродом. При массовой доле свинца, олова или висмута свыше 0,0005% их определяют полярографически с ртутным капающим электродом.

Аппаратура: полярограф переменного тока типа ППТ-1 или осциллографический полярограф типа ПО-5122; ячейка полярографическая с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим или ртутным стационарным электродом (см. ГОСТ 6689.15–92).

В ГОСТ 6689.16–92 подробно описана технология проведения анализа:

для сплавов, не содержащих хрома, титана и кремния;

для сплавов содержащих свинец и висмут методом инверсионной вольтамперометрии;

для сплавов, содержащих свинец и олово методом инверсионной вольтамперометрии;

полярографического определения свинца и висмута;

полярографического определения свинца и олова.

В ГОСТ 6689.16–92 для обоих методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов.

Обработка результатов. Массовую долю всех указанных выше определяемых элементов в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.16–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение висмута

Методы устанавливают правила определения содержания висмута в никеле, никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.17–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80.

Описаны следующие методы при массовой доле висмута:

фотометрические (от 0,0005 до 0,003% и от 0,001 до 0,02% Bi);

атомно-абсорбционный (при массовой доле висмута от 0,001 до 0,02% Bi).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Фотометрический метод определения висмута (от 0,0005 до 0,003% Bi)

Суть: метод основан на выделении висмута соосаждением его с гидроксидом железа, образовании висмутом окрашенного комплекса с ксиленовым оранжевым и измерении его оптической плотности.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.17–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

с массовой долей кремния не более 0,1%, не содержащих хрома и вольфрама;

содержащих хром и более 0,1% Si;

содержащих вольфрам.

Фотометрический метод определения висмута (от 0,001 до 0,02% Bi)

Суть: метод основан на образовании висмута с ксиленоловым оранжевым окрашенного комплекса и измерении его оптической плотности после предварительного выделения висмута соосаждением с диоксидом марганца из 1,5 моль/дм^3 раствора азотной кислоты.

Мешающее влияние железа устраняется аскорбиновой кислотой, а следов олова – фтористым натрием.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов с массовой долей олова до 0,05 и свыше 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод определения висмута

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами висмута, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух, после предварительного выделения висмута на диоксиде марганца.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для висмута.

В ГОСТ 6689.17–92 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этими методами.

Описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания висмута.

Обработка результатов. Массовую долю висмута в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.17–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок, либо сопоставлением результатов, полученных фотометрическими методами, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение серы

Методы устанавливают правила определения содержания серы в никеле, никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.18–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы:

йодометрический (титриметрический) (при массовой доле серы от 0,001 до 0,05%);

с применением автоматических и полуавтоматических анализаторов (при массовой доле серы от 0,001 до 0,05%).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Титриметрический метод определения серы

Суть: метод основан на сжигании пробы в токе кислорода при 1350 – 1400 °С, поглощении выделяющегося диоксида серы водой и титровании образовавшейся сернистой кислоты раствором йода.

Аппаратура: установка для определения содержания серы (см. рис. 185).

В ГОСТ 6689.18–92 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описаны подготовка аппарата к анализу и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю серы в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 6689.18–92 формуле.

Метод с применением автоматических и полуавтоматических анализаторов

Суть: метод основан на определении серы с помощью автоматических и полуавтоматических анализаторов, обеспечивающих сжигание навески пробы сплава в токе кислорода при 1200 – 1600 °С, поглощении образовавшегося диоксида серы раствором окислителя и определении серы в зависимости от типа анализатора кондуктометрическим, кулонометрическим, амперометрическим методами или по измерению абсорбции молекулярных полос диоксида серы в инфракрасной области спектра.

Аппаратура: автоматический или полуавтоматический анализатор типа АС-7932. Допускается применение других типов автоматических и полуавтоматических анализаторов.

В ГОСТ 6689.18–92 подробно описаны порядок и технология проведения анализа этим методом.

Контроль точности результатов анализа для всех методов испытания гарантируется выполнением рабочего режима установки и использованием государственных стандартных образцов никелевых сплавов в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение фосфора

Методы устанавливают правила определения содержания фосфора в никеле, никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.19–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле фосфора:

экстракционно-фотометрический (от 0,0005 до 0,05% Р);

фотометрический (от 0,005 до 0,05% Р).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Экстракционно-фотометрический метод определения фосфора

Суть: метод основан на измерении оптической плотности экстракта молибдофосфата после экстракции его смесью н-бутилового спирта и хлороформа и восстановления молибдофосфата двухлористым оловом до фосфорно-молибденовой сини.

Аппаратура: фотоколориметр или спектрометр.

Подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов:

не содержащих хрома и вольфрама;

содержащих вольфрам;

содержащих хром.

Фотометрический метод определения фосфора

Суть: метод основан на образовании желтого фосфорнованадиевомолибденового комплекса и измерении его оптической плотности.

Аппаратура: фотоколориметр или спектрофотометр.

В ГОСТ 6689.19–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов с массовой долей:

олова и кремния менее 0,05%;

кремния свыше 0,05%;

олова свыше 0,05%.

Обработка результатов. В ГОСТ 6689.19–92 для обоих методов описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания фосфора.

Определение свинца

Методы устанавливают правила определения свинца в никеле, никелевых и медно-никелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.20–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле свинца:

титриметрический (от 1,0 до 2,5% Pb);

электрогравиметрический (от 1,0 до 2,5% Pb);

полярографический (от 0,002 до 0,1% Pb);

атомно-абсорбционный (от 0,002 до 0,02%, от 0,02 до 0,1% и от 1,0 до 2,5% Pb).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Титриметрический комплексонометрический метод определения свинца

Суть: метод основан на комплексонометрическом титровании свинца при заданном pH в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора после выделения серно-кислого свинца и растворения последнего в растворе уксусно-кислого аммония.

В ГОСТ 6689.20–92 подробно описаны подготовка к анализу и технология его проведения.

Электрогравиметрический метод определения свинца

Суть: метод основан на выделении свинца электролитически в виде его диоксида на аноде и взвешивании выделившегося осадка диоксида свинца.

Аппаратура: электролизная установка постоянного тока; платиновые сетчатые электроды по ГОСТ 6563–75.

В ГОСТ 6689.20–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Полярографический метод определения свинца

Суть: метод основан на полярографическом определении свинца на фоне ортофосфорной кислоты при потенциале пика –0,47 В относительно насыщенного каломельного электрода после предварительного отделения свинца соосаждением с гидроксидом железа.

Аппаратура: полярограф типа ППТ-1 со всеми принадлежностями.

В ГОСТ 6689.20–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов с массовой долей:

олова свыше 0,05%;

кремния свыше 0,05%;

олова и кремния менее 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод определения свинца

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух. При массовой доле свинца до 0,02% проводят предварительное выделение свинца соосаждением с гидроксидом железа.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для свинца.

В ГОСТ 6689.20–92 подробно описана технология проведения анализа при определении массовых долей свинца от 0,002 до 0,02% в сплавах с массовой долей:

олова и кремния до 0,05%;

олова свыше 0,05%;

кремния свыше 0,05%;

При определении массовых долей свинца от 0,02 до 0,1% и от 1,0 до 2,5% в сплавах с массовой долей:

олова и кремния до 0,05%;

олова свыше 0,05%;

кремния свыше 0,05%;

В ГОСТ 6689.20–92 для всех методов приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления растворов, необходимых для анализа.

Обработка результатов. В ГОСТ 6689.20–92 описаны правила построения градуировочных графиков определения содержания свинца для всех методов анализа. Массовую долю свинца в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 6689.20–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым стандартным образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение титана

Методы устанавливают правила определения содержания титана в никеле, никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.21–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле титана:

фотометрические (от 0,05 до 0,4% Ti);

атомно-абсорбционный (от 0,05 до 0,4% Ti).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1–92.

Фотометрический метод определения титана с пероксидом водорода

Суть: метод основан на образовании титаном в сернокислой среде с пероксидом водорода желто-оранжевого комплекса и измерения оптической плотности полученного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод определения титана с диантипирилметаном

Суть: метод основан на образовании титаном комплекса с диантипирилметаном, окрашенного в золотисто-желтый цвет, и измерении оптической плотности полученного раствора.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Атомно-абсорбционный метод определения титана

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами титана, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – закись азота.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для титана.

В ГОСТ 6689.21–92 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. В ГОСТ 6689.21–92 описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания титана всеми методами. Массовую долю титана в процентах вычисляют для всех методов по приведенным в ГОСТ 6689.21–92 формулам.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок, либо сопостановлением результатов, полученных фотометрическими методами, в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение олова

Методы определения олова устанавливают правила определения содержания олова в никеле, никелевых и медноникелевых сплавах (в соответствии с ГОСТ 6689.22–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Описаны следующие методы при массовой доле олова:

экстракционно-фотометрический (от 0,0005 до 0,15% Sn);

фотометрический (от 0,01 до 0,25% Sn);

атомно-абсорбционный (от 0,01 до 0,25% Sn).

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

Экстракционно-фотометрический метод определения олова

Суть: метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения олова с кверцетином, экстрагируемого н-бутиловым спиртом из солянокислого раствора, содержащего тиомочевину для устранения влияния меди и железа.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фотометрический метод определения олова

Суть: метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения олова с фенилфлуороном в присутствии аскорбиновой и лимонной кислот, маскирующих железо и сурьму соответственно, после предварительного отделения олова соосаждением с диоксидом марганца.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов с массовой долей кремния до 0,05 и свыше 0,05%.

Атомно-абсорбционный метод определения олова

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами олова, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен – воздух или ацетилен – закись азота после предварительного отделения олова соосаждением с диоксидом марганца.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для олова.

В ГОСТ 6689.22–92 подробно описана технология проведения анализа этим методом для сплавов с массовой долей кремния до 0,05 и свыше 0,05%.

В ГОСТ 6689.22–92 для всех методов приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов, описаны порядок приготовления необходимых для анализа растворов, технология проведения анализов всеми методами.

Обработка результатов. В ГОСТ 6689.22–92 описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания олова для всех методов анализа.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам или по отраслевым образцам, или по стандартным образцам предприятия, изготовленным из никеля, никелевых и медноникелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315–97, либо методом добавок, либо сопоставлением результатов, полученных другими методами в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Определение кальция

Метод определения кальция устанавливает правила определения содержания кальция в никеле, никелевых и медноникелевых сплавах при массовой доле кальция от 0,03 до 0,2% (в соответствии с ГОСТ 6689.24–92 с учетом ГОСТов 492–73 и 19241–80).

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87 с дополнением по разд. 1.ГОСТ 6689.1–92.

Атомно-абсорбционный метод определения кальция

Суть: метод основан на измерении абсорбции света атомами кальция, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен–воздух.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для кальция.

В ГОСТ 6689.24–92 приведены составы реактивов и растворов с указанием соответствующих ГОСТов и описан порядок приготовления необходимых для анализа растворов. Подробно описана технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. В ГОСТ 6689.24–92 описаны правила построения градуировочных графиков для определения содержания кальция. Массовую долю кальция в процентах вычисляют по приведенной в ГОСТ 6689.24–92 формуле.

Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Спектральный анализ примесей в никеле и его сплавах

Метод определяет содержание примесей (в соответствии с ГОСТ 6012–98) в никеле (по ГОСТ 849–70), никелевом порошке (по ГОСТ 9722–70) и никелевых сплавах (по ГОСТ 462–73) в следующих массовых долях:

Анализируемая примесь	Массовая доля, %
Кобальт	0,0003 – 1,0
Железо	0,001 – 1,0
Алюминий	0,000,2 – 0,1
Висмут	0,0000 – 0,01
Кадмий	0,00005 – 0,01
Кальций	0,005 – 0,05
Фосфор	0,001 – ,005
Цинк	0,0002 – 0,01
Кремний	0,0003 – 0,2
Магний	0,0001 – 0,2
Марганец	0,00005 – 0,2
Медь	0,00005 – 1,0
Мышьяк	0,0001 – 0,01
Олово	0,00003 – 0,01
Свинец	0,00005 – 0,01
Серебро	0,00001 – 0,001
Сурьма	0,0001 – 0,01
Таллий	0,00005 – 0,003
Теллур	0,00005 – 0,003

Суть: метод основан на возбуждении спектра в глобульной дуге постоянного тока, его регистрации различными способами и использовании зависимости интенсивности спектральных линий примесей от их массовых долей в пробе.

Общие требования к методам анализа приводятся в соответствии с ГОСТ 25086–87.

Отбор и подготовку проб проводят для анализа:

никеля и его сплавов – по ГОСТ 24231–80;

порошка – по ГОСТ 23148–78.

Контроль точности результатов анализа осуществляется по ГОСТ 25086-87.

Аппаратура: спектрограф или многоканальная фотоэлектрическая установка для ультрафиолетовой области.

Материалы и реактивы для анализа приведены в соответствующих ГОСТах, указанных в ГОСТ 6012–98. Там же описаны порядок подготовки к анализу, технология его проведения, обработка результатов и требования техники безопасности (с соответствующими ГОСТами, указанными в приложении ГОСТ 6689.24–92).

10.12. СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ. Определяют олово, сурьму, свинец, висмут, свинец + висмут, мышьяк

Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24018.0–90 устанавливает следующие общие требования к методам анализа жаропрочных сплавов на никелевой основе (в соответствии с ГОСТ 5632–76):

отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 7565–81 или по нормативно-технической документации на конкретную продукцию;

взвешивание навески пробы, металлов и химических веществ для приготовления растворов проводят на весах по ГОСТ 24104–2001;

применяют лабораторную мерную стеклянную посуду и другие приборы и оборудование в соответствии с ГОСТами 1770–74, 29251–91 (ИСО 835.1–84), 29227–91 (ИСО 835.1–81), 25336–82, 6563–75, 8.234–77, 9147–80;

применяют стандартизованные средства измерения, аттестованные по ГОСТ 8.326–77;

для проведения анализа применяют реактивы квалификации ос.ч. и хч.;

концентрацию растворов выражают в следующих единицах:

массовую – г/дм^3, г/см^3;

молярную – моль/дм^3;

молярную концентрацию эквивалента (нормальность) – моль/дм^3 (н.);

массовую долю, % (Масса вещества или компонентов граммах, отнесенная к 100 г вещества или к 100 г раствора);

объемную долю, % (объем вещества в см^3, отнесенный к 100 см^3 раствора;

градуировочный график строят в системе координат: по оси абсцисс откладывают числовое значение массовой концентрации, массовой доли или массы элемента в определенном объеме раствора, по оси ординат – значения аналитического сигнала, значение измеренного параметра или функцию от него.

В ГОСТ 24018.0–90 указаны общие правила определения содержания элемента, определения погрешности, количество параллельных определений.

Определение олова

Методы устанавливают правила определения содержания олова в жаропрочных сплавах на никелевой основе (в соответствии с ГОСТ 24018.1–80).

Описаны следующие методы при массовых долях олова:

фотометрический от 0,001 до 0,010% Sn);

полярографический (от 0,001 до 0,010% Sn);

инверсионно-вольтамперометрический (от 0,0001 до 0,005% Sn);

непламенный атомно-абсорбционный (от 0,0002 до 0,010% Sn).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения олова (IV) с пирокатехиновым фиолетовым, стабилизируемого желатином. Светопоглощение раствора измеряют при заданной длине волны. Олово предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде гидроксида аммиаком в присутствии трилона Б в качестве комплексообразующего вещества, в качестве коллектора используют гидроксид бериллия.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, pH-метр.

В ГОСТ 24018.1–80 описаны правила построения градуировочных графиков.

Полярографический метод

Суть: метод основан на способности олова восстанавливаться на ртутном капающем электроде при заданном потенциале пика относительно ртутного анода на фоне 2 моль/дм^3 HC и 3 моль/дм^3 аС. Олово предварительно отделяют аммиаком от основных компонентов сплава на гидроксиде бериллия в присутствии трилона Б. При определении олова в сплавах, содержащих более 1% Ti, проводят дополнительное отделение олова от титана раствором гидроксида натрия.

Аппаратура: полярограф переменного тока или полярографосциллографический.

В ГОСТ 24018.1–80 описан порядок построения градуировочного графика.

Инверсионно-вольтамерометрический метод

Суть: метод основан на предварительном концентрировании олова на стационарном ртутном капельном электроде при заданном потенциале по отношению к хлорсеребряному электроду или по отношению к ртутному аноду в растворе щавелевой кислоты и метиленового голубого с последующей регистрацией тока анодного растворения олова при заданном потенциале по отношению к хлорсеребряному электроду или по отношению к ртутному аноду. Олово предварительно отделяют аммиаком от основных компонентов сплава на гидроксиде бериллия в присутствии тридона Б.

Аппаратура: полярограф переменного или постоянного тока либо осциллографический; ячейка полярографическая с анодом и стационарным ртутным капельным электродом любой конструкции.

Непламенный атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении поглощения излучения свободными атомами олова при определенной длине волны, образующимися при введении анализируемого раствора в электротермический атомизатор. Олово предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде гидроксида аммиаком в присутствии прилона Б в качестве комплексообразующего вещества и с использованием в качестве коллектора гидроксида бериллия.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с электротермическим атомизатором.

В ГОСТ 24018.1–80 описана подготовка прибора к измерению.

В ГОСТ 24018.1–80 для всех методов приведены составы реактивов и растворов, необходимых для проведения анализа с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны правила и технология проведения анализов этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю олова в процентах для всех методов вычисляют по приведенной в ГОСТ 24018.1–80 формуле.

Определение сурьмы

Методы устанавливюат правила определения содержания сурьмы в жаропрочных сплавах на никелевой основе (в соответствии с ГОСТ 24018.2–80).

Описаны следующие методы при массовой доле сурьмы:

экстракционно-фотометрический (от 0,0002 до 0,010% Sb);

экстракционно-фотометрический (от 0,0005 до 0,10% Sb);

инверсионно-вольтамперометрический (от 0,0001 до 0,005% Sb).

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы в сплавах с массовой долей вольфрама не более 3% и титана не более 3%

Суть: метод основан на взаимодействии аниона гексахлорантимоната с бриллиантовым зеленым в растворе серной и соляной кислот с образованием окрашенного в сине-зеленый цвет соединения, экстрагируемого толуолом. Оптическую плотность экстракта измеряют на спектрофотометре при определенной длине волны или на фотоэлектроколориметре в области определенного светопропускания.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы в сплавах с массовой долей вольфрама более 3% и титана более 3%

Суть: метод основан на реакции взаимодействия аниона сурьмы с метиленовым голубым в растворе серной и соляной кислот с образованием комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, экстрагируемого хлороформом, или с бриллиантовым зеленым в растворе серной и соляной кислот с образованием комплексного соединения, окрашенного в сине-зеленый цвет, экстрагируемого толуолом.

Сурьму предварительно отделяют от мешающих элементов осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в соляно-кислом растворе в присутствии винной кислоты с использованием в качестве коллектора сульфида ртути.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Инверсионно-вольтамперометрический метод определения сурьмы в сплавах, не содержащих вольфрама

Суть: метод основан на предварительном концентрировании сурьмы на стационарном ртутном капельном электроде или на поверхности ртутно-графитового электрода при потенциале –0,45 В в растворе соляной кислоты с

последующей регистрацией тока анодного растворения сурьмы при определенном потенциале по отношению к потенциалу донной ртути.

Сурьму предварительно отделяют экстракцией хлороформом в растворе серной и соляной кислот в виде комплексного соединения гексахлорантимоната с метиленовым голубым.

Аппаратура: полярограф переменного или постоянного тока либо осциллографический, стационарный ртутный капельный электрод любой конструкции.

В ГОСТ 24018.2–80 для всех методов приведены составы реактивов и растворов, необходимых для анализа, с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю сурьмы в процентах для всех методов вычисляют по приведенной в ГОСТ 24018.2–80 формуле.

Определение свинца

Методы устанавливают правила определения содержания свинца в жаропрочных сплавах на никелевой основе (в соответствии с ГОСТ 24018.3–80).

Описаны следующие методы при массовой доле свинца:

фотометрический (от 0,0005 до 0,020% Pb);

непламенный атомно-абсорбционный (от 0,0002 до 0,010% Pb).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании в слабощелочной среде в присутствии цианистого калия внутрикомплексного соединени свинца с дитизоном, окрашенного в красный цвет и экстрагируемого хлороформом. Свинец предварительно отделяют от мешающих определению элементов осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в аммиачном растворе в присутствии винной кислоты в качестве комплексообразующего вещества.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Непламенный атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении поглощения излучения свободными атомами свинца, образующимися при введении анализируемого раствора в графитовую кювету. Свинец предварительно отделяют от мешающих определению элементов осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в аммиачном растворе в присутствии винной кислоты в качестве комплексообразующего вещества и сульфида меди в качестве коллектора.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с электротермическим атомизатором.

В ГОСТ 24018.3–80 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов, необходимых при проведении анализа, с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны порядок и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю свинца в процентах для обоих методов вычисляют по приведенной в ГОСТ 24018.3–80 формуле.

Определение висмута

Методы устанавливают правила определения содержания висмута в жаропрочных сплавах на никелевой основе (в соответствии с ГОСТ 24018.4–80).

Описаны следующие методы при массовой доле висмута:

фотометрический (от 0,0005 до 0,010% Bi);

непламенный атомно-абсорбционный (от 0,0002 до 0,010% Bi).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании в среде серной кислоты окрашенного в желтый цвет комплексного соединения вимута с йодистым калием состава К(В). Висмут предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в аммиачном растворе в присутствии винной кислоты в качестве комплексообразующего вещества.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Непламенный атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении поглощения излучения свободными атомами висмута при заданной длине волны, образующимися при введении анализируемого раствора в электротермический атомизатор. Висмут предварительно отделяют от основных компонентов сплава осаждением в виде сульфида тиоацетамидом в аммиачном растворе в присутствии винной кислоты в качестве комплексообразующего вещества и сульфида меди в качестве коллектора.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с электротермическим атомизатором.

В ГОСТ 24018.4–80 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов, необходимых для проведения анализа, с указанием соответствующих ГОСТов. Описаны подготовка прибора к измерениям, порядок и технология проведения анализа.

Обработка результатов. Массовую долю висмута в процентах для обоих методов вычисляют по приведенной в ГОСТ 24018.4–80 формуле.

Определение свинца и висмута

Инверсионно-вольтамперометрический метод устанавливает правила определения содержания свинца и вимута в жаропрочных сплавах на никелевой основе при массовых долях свинца и висмута от 0,0001 до 0,005% (в соответствии с ГОСТ 24018.5–80).

Суть: метод основан на предварительном концентрировании свинца и висмута на стационарном ртутном капельном электроде или на ртутно-графитовом электроде при определенном потенциале в растворе лимонной

кислоты и хлористого аммония заданного состава с последующей регистрацией тока анодного растворения свинца и висмута при определенном потенциале их по отношению к потенциалу хлорсеребряного электрода в присутствии основных компонентов сплава (вариант 1).

При массовой доле меди свыше 0,03% определение вимута проводят после предварительного его отделения от основных компонентов аммиаком соосаждением на гидроксиде железа (вариант 2).

Аппаратура: полярограф переменного тока или осциллографический, ячейка с выносным анодом (ртуть в насыщенном растворе хлористого калия), стационарным ртутным капельным электродом любой конструкции.

В ГОСТ 24018.5–80 приведены составы реактивов и растворов, необходимых для проведения анализов, с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описана технология проведения анализов для двух вариантов.

Обработка результатов. Массовую долю свинца и висмута в процентах вычисляют по приведенным в ГОСТ 24018.5–80 формулам.

Определение мышьяка

Методы устанавливают правила определения содержания мышьяка в жаропрочных сплавах на никелевой основе (в соответствии с ГОСТ 24018.6–80).

Описаны следующие методы при массовой доле мышьяка:

фотометрический (от 0,001 до 0,010% As);

непламенный атомно-абсорбционный (от 0,0001 до 0,005% As).

Фотометрический метод

Суть: метод основан на образовании синего мышьяково-молибденового комплекса в результате взаимодействия пятивалентного мышьяка с молибденово-кислым аммонием в присутствии восстановителя – сернокислого гидразина.

Мышьяк предварительно отделяют отсопутствующих элементов сплава отгонкой в виде треххлористого мышьяка из соляно-кислого раствора в присутствии восстановителей – серно-кислого гидразина и бромистого калия или осаждением сначала аммиаком с гидроксидом железа, затем в виде сульфида тиоацетамидом в серно-кислом растворе с использованием в качестве коллектора сульфида меди.

Аппаратура: спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Непламенный атомно-абсорбционный метод

Суть: метод основан на измерении величины поглощения излучения свободными атомами мышьяка, образующимися при введении анализируемого вещества в графитовую кювету.

Мышьяк предварительно отделяют от сопутствующих элементов сплава отгонкой в виде треххлористого мышьяка из соляно-кислого раствора в присутствии восстановителей – серно-кислого гидразина и бромистого калия с использованием в качестве коллектора сульфида меди.

Аппаратура: атомно-абсорбционный спектрофотометр с электротермическим атомизатором, лампа для определения мышьяка.

В ГОСТ 24018.6–80 для обоих методов приведены составы реактивов и растворов, необходимых для анализа, с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описаны подготовка прибора к измерениям, технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Массовую долю мышьяка в процентах для обоих методов вычисляют по приведенной в ГОСТ 24018.6–80 формуле.

10.13. Методы определения содержания газов в металлах

Определение содержания водорода в алюминии и алюминиевых сплавах (в жидком металле методом первого пузырька)

Метод первого пузырька устанавливает правила определения содержания водорода в алюминии и во всех алюминиевых сплавах (в жидком металле) при содержании водорода от 0,1 до 1,0 $см^3$ на 100 г металла (в соответствии с ГОСТ 21132.0–75).

Суть: метод основан на зависимости количества растворенного водорода в жидком металле от парциального давления водорода в газовой фазе над металлом. Пробу жидкого металла заливают в обогреваемый тигель, находящийся в вакуумной камере, где непрерывно понижается давление. Определив температуру и давление, при которых появляются первые пузырьки, рассчитывают содержание водорода в расплаве.

Аппаратура: шахтная печь для подогрева тиглей, термостат для переноса расплава. В ГОСТе приведены схемы и описания установки типа МАТИ (рис. 193), шахтной печи для предварительного нагрева аналитических тиглей (рис. 194), термостата для поддержания необходимой температуры металла при транспортировании пробы в тигель установки (рис. 195), электропечи сопротивления термостата (рис. 196).

В ГОСТ 21132.0–75 приведены составы растворов и материалов с указанием соответствующих ГОСТов. Подробно описан метод отбора проб из расплава. Указано, каким образом сохранить содержание водорода в пробах на том же уровне, что и в расплаве, находящемся в печи, миксере или раздаточном устройстве.

Описаны порядок подготовки к анализу и технология проведения анализа этим методом.

Обработка результатов. Содержание водорода в пробе металла, $см^3$/100 г металла вычисляют по приведенной в ГОСТ 21132.0–75 формуле.

Определение содержания водорода в алюминии и алюминиевых сплавах (в твердом металле)

Методы устанавливают правила определения содержания водорода в твердом алюминии и во всех твердых алюминиевых сплавах при концентрации водорода от 0,07 до 1,0 $см^3$ на 100 г металла (в соответствии с ГОСТ 21132.1–98).

Описаны следующие методы:

вакуум-нагрева с анализатором по давлению (рис. 197);

вакуум-нагрева с масс-спектрометрическим анализатором в динамическом режиме (рис. 198).

Метод вакуум-нагрева с анализатором по давлению в режиме накопления

Суть: метод основан на экстракции водорода из анализируемого металла, нагретого ниже температуры плавления (обычно до 500 – 600 °С) в вакууме при заданном остаточном давлении.

Выделяющиеся газы собирают в калиброванный объем, где по измерению давления определяют их количество. Водород из газовой смеси удаляется диффузионным путем через нагретый палладиевый фильтр и по разности давлений определяют количество водорода в экстрагированной газовой смеси.

Аппаратура: установка для определения содержания водорода (рис. 197) конструкции ВИЛС.

В ГОСТ 21132.1–98 приведены необходимые реактивы и материалы с указанием соответствующих ГОСТов.

Описаны порядок отбора проб, подготовка образцов к анализу, требования к качеству поверхности образцов и способам их изготовления. Подробно изложены подготовка установки к анализу и технология проведения анализа на этой установке.

Метод вакуум-нагрева с масс-спектрометрическим анализатором в динамическом режиме

Суть: анализируемый образец нагревают в высоком вакууме до температуры ниже температуры плавления, при этом из образца выделяется водород, давление которого регистрируется датчиком масс-спектрометра.

Отбор проб. Пробу вырезают из заготовки или полуфабриката или отливают в металлическую изложницу. Отливка пробы в изложницу должна предусматривать высокие скорости охлаждения, исключающие потери водорода при кристаллизации. Из пробы вырезают заготовку для образца.

Порядок изготовления образцов приведен в ГОСТ 21132.1–98.

Аппаратура: установка для определения содержания водорода (рис. 198).

В ГОСТ 21132.1–98 для обоих методов подробно описаны порядок подготовки к анализу и технология его проведения.

Обработка результатов. Содержание водорода в анализируемом образце, $см^3$/100 г металла, вычисляют по приведенным в ГОСТ 21132.1–98

формулам. Описан порядок определения чувствительности масс-спектрометра.

Определение водорода в алюминии и алюминиевых сплавах

Метод устанавливает правила и порядок определения содержания водорода в алюминии и алюминиевых сплавах путем плавления в потоке инертного газа-носителя (при массовой доле водорода от 0,05 до 0,45 млн$^{-1}$) (в соответствии с ГОСТ Р 50965–96).

Общие требования к методу анализа должны соответствовать ГОСТ 25086–87.

Суть: метод основан на плавлении образца, помещенного в графитовый тигель высокочастотной печи, в потоке инертного газа-носителя (азота) с последующей регистрацией массовой доли выделившегося водорода в кондуктометрической ячейке – катарометре.

Аппаратура: анализатор для определения массовой доли водорода Н–2020 (Германия). Допускается использование другой аппаратуры аналогичного назначения и аналогичной точности метрологических параметров.

В ГОСТ Р 50965–96 приведены составы реактивов с указанием соответствующих ГОСТов, указаны стандартные образцы для алюминия и его сплавов по ГОСТ 8.315–81.

Описаны правила отбора проб, подготовка образцов и анализатора для проведения анализа.

Обработка результатов. Массовую долю водорода в процентах получают автоматически на приборе.

Контроль точности анализа осуществляют с помощью параллельных испытаний на государственных стандартных образцах алюминия или алюминиевых сплавов.

Определение газов в сталях и сплавах на основе железа, никеля, кобальта, железо-никеля

Методы устанавливают порядок и правила определения содержания кислорода (при массовой доле от 0, 0005 до 0,2%), азота (при массовой доле от 0,00005 до 0,10%) и водорода (при массовой доле от 0,00005 до 0,01%) путем восстановительного плавления в вакууме или в потоке инертного газа-носителя и содержания водорода (при массовой доле от 0,00005 до 0,01%) пуем нагрева или плавления в вакууме или в потоке инертного газа-носителя (в соответствии с ГОСТ 17745–90).

Суть методов:

метод восстановительного плавления для определения массовых долей кислорода, азота и водорода основан на плавлении образца в графитовом тигле в вакууме или в потоке инертного газа-носителя экстрагировании содержащихся в нем газов и последующем анализе кислорода, азота и

водорода в экстрагированной газовой смеси физическими или физико-химическими методами;

метод нагрева или плавления для определения массовой доли водорода основан на нагреве или плавлении образца в контейнере из керамического материала в вакууме или в потоке инертного газа-носителя, экстрагировании водорода из образца и определении его количества физическими или физико-химическими методами (рис. 199).

Метод восстановительного плавления применяют при разногласии в оценке качества сталей и сплавов.

Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 28437–90.

Отбор проб и изготовление образцов производят в соответствии с ГОСТ 7565–81.

Аппаратура:

для определения кислорода применяют экспресс-анализатор типа АК 7516;

для определения азота применяют экспресс-анализатор типа АМ 7514;

для определения водорода применяют прибор типа RH-2 фирмы «Леко».

В ГОСТ 17745–90 подробно описана технология проведения анализа этими методами.

Обработка результатов. Массовую долю анализируемых газов для всех методов вычисляют по приведенным в ГОСТ 17745–90 формулам.

Приложения

1. ГОСТы использованные в главах 1–9

1497–84	Металлы. Методы испытаний на растяжение
1579–93	Проволока. Метод испытания на перегиб
1763–68	Сталь. Методы определения глубины обезуглероженного слоя
1778–70	Сталь. Металлографические методы определения неметаллических включений
2419–78	Сплавы прецизионные с высоким электрическим сопротивлением для электронагревательных элементов. Метод определения живучести
2601–84	Сварка металлов. Термины и определения основных понятий
2768–84	Ацетон технический. Технические условия
2789–73	Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики
2999–75	Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу
3242–79	Соединения сварные. Методы контроля качества
3248–81	Металлы. Метод испытания на ползучесть
3333–80	Смазка графитная. Технические условия
3565–80	Металлы. Метод испытания на кручение
4233–77	Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
4543–71	Прокат из легированной конструкционной стали. Технические условия
5009–82	Шкурка шлифовальная тканевая. Технические условия
5272–68	Коррозия металлов. Термины
5639–82	Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна
5640–68	Сталь. Металлографический метод оценки микроструктуры листов и ленты
5657–69	Сталь. Метод испытания на прокаливаемость
6032–2003	Стали и сплавы коррозионностойкие. Методы испытания на стойкость против межкристаллитной коррозии
6130–90	Металлы. Метод определения жаростойкости
6709–72	Вода дистиллированная. Технические условия

6996–66	Сварные соединения. Методы определения механических свойств
7268–82	Сталь. Метод определения склонности к механическому старению по испытанию на ударный изгиб
7512–82	Контроль неразрушающий. Соединения сварные. Радиографический метод
7564–97	Прокат. Общие правила отбора проб, заготовок и образцов для механических и технологических испытаний
8233–56	Сталь. Эталоны микроструктуры
8693–80	Трубы металлические. Метод испытания на бортование
8694–75	Трубы. Метод испытания на раздачу
8695–75	Трубы. Метод испытания на сплющивание
8817–82	Металлы. Метод испытания на осадку
8818–73	Металлы. Метод испытания на расплющивание
9012–59	Металлы. Метод измерения твердости по Бринеллю
9013–59	Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу
9285–78	Калия гидрат окиси технический. Технические условия
9450–76	Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников
9454–78	Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах
9651–84	Металлы. Методы испытаний на растяжение при повышенных температурах
9721–71	Порошок кобальтовый. Технические условия
9722–97	Порошок никелевый. Технические условия
10006–80	Трубы металлические. Метод испытания на растяжение
10145–81	Металлы. Метод испытания на длительную прочность
10243–75	Сталь. Методы испытаний и оценки макроструктуры
10446–80	Проволока. Метод испытания на растяжение
10510–80	Металлы. Метод испытания на выдавливание листов и лент по Эриксену
11150–84	Металлы. Методы испытания на растяжение при пониженных температурах
11701–84	Металлы. Методы испытаний на растяжение тонких листов и лент
11878–66	Сталь аустенитная. Методы определения содержания ферритной фазы в прутках

12004–81	Сталь арматурная. Методы испытания на растяжение
12026–76	Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
12119.0–12119.8–98	Сталь электротехническая. Методы определения магнитных и электрических свойств.
12356–81	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения титана
12503–75	Сталь. Методы ультразвукового контроля. Общие требования
12997–84	Изделия ГСП. Общие технические условия
13330–77	Фитили и пластины войлочные. Технические условия
13585–68	Сталь. Метод валиковой пробы для определения допускаемых режимов дуговой сварки и наплавки
13813–68	Металлы. Метод испытания на перегиб листов и лент толщиной менее 4 мм
14019–2003	Материалы металлические. Метод испытания на изгиб
14782–86	Контроль неразрушающий. Соединения сварные. Методы ультразвуковые
15150–69	Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды
15467–79	Управление качеством продукции. Основные понятия. Термины и определения
15895–77	Статистические методы управления качеством продукции. Термины и определения
16504–81	Система государственных испытаний продукции. Испытания и контроль качества продукции. Основные термины и определения
17325–79	Пайка и лужение. Основные термины и определения
17367–71	Металлы. Метод испытания на абразивное изнашивание при трении о закрепленные абразивные частицы
17410–78	Контроль неразрушающий. Трубы металлические бесшовные цилиндрические. Методы ультразвуковой дефектоскопии
17527–2003	Упаковка. Термины и определения

18277–90	Бумага-основа для шлифовальной шкурки. Технические условия
18321–73	Методы случайного отбора выборок штучной продукции
18353–79	Контроль неразрушающий. Классификация видов и методов
18442–80	Контроль неразрушающий. Капиллярные методы. Общие требования
18576–98	Контроль неразрушающий. Рельсы железнодорожные. Методы ультразвуковые
18661–73	Сталь. Измерение твердости методом ударного отпечатка
18835–73	Металлы. Метод измерения пластической твердости
19440–94	Порошки металлические. Определение насыпной плотности. Часть 1. Метод с использованием воронки. Часть 2. Метод волюмометра Скотта
19521–74	Сварка металлов. Классификация
19647–74	Методы и средства рентгенорадиометрического анализа. Термины и определения
20017–74	Сплавы твердые спеченные. Метод определения твердости по Роквеллу
20018–74	Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности
20019–74	Сплавы твердые спеченные. Метод определения предела прочности при поперечном изгибе
20415–82	Контроль неразрушающий. Методы акустические. Общие положения
20426–82	Контроль неразрушающий. Методы дефектоскопии радиационные. Область применения
20485–75	Пайка. Метод определения затекания припоя в зазор
20486–75	Пайка. Методы определения растекания припоя
20487–75	Пайка. Метод испытаний для оценки влияния жидкого припоя на механические свойства паяемого материала
20899–98	Порошки металлические. Определение текучести с помощью калиброванной воронки (прибора Холла)
21054–75	Патроны фрезерные для крепления инструмента с коническим хвостовиком. Конструкция и размеры
21073.0-.4–75	Металлы цветные. Определение величины зерна

21104–75	Контроль неразрушающий. Феррозондовый метод
21105–87	Контроль неразрушающий. Магнитопорошковый метод
21120–75	Прутки и заготовки круглого и прямоугольного сечения. Методы ультразвуковой дефектоскопии
21318–75	Измерение микротвердости царапанием алмазными наконечниками
21397–81	Контроль неразрушающий. Комплект стандартных образцов для ультразвукового контроля полуфабрикатов и изделий из алюминиевых сплавов. Технические условия
21547–76	Пайка. Метод определения температуры распайки
21548–76	Пайка. Метод выявления и определения толщины прослойки химического соединения
21549–76	Пайка. Метод определения эрозии паяемого материала
22368–77	Контроль неразрушающий. Классификация дефектности стыковых сварных швов по результатам УЗ контроля.
22706–77	Металлы. Метод испытания на растяжение при температурах от минус 100 до минус 269 °С
22727–88	Прокат листовой. Методы ультразвукового контроля
22761–77	Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Бринеллю переносными твердомерами статического действия
22762–77	Металлы и сплавы. Метод измерения твердости на пределе текучести вдавливанием шара
22838–77	Сплавы жаропрочные. Методы контроля и оценки макроструктуры
22848–77	Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при температурах от минус 100 до минус 269 °С
22975–78	Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Роквеллу при малых нагрузках (по Супер-Роквеллу)
23046–78	Соединения паяные. Метод испытаний на удар
23049–84	Контроль неразрушающий. Дефектоскопы ультразвуковые. Основные параметры и общие технические требования
23055–78	Контроль неразрушающий. Сварка металлов плавлением. Классификация сварных соединений по результатам радиографического контроля

23148–98	Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб
23207–78	Сопротивление усталости. Основные термины, определения и обозначения
23240–78	Конструкции сварные. Метод оценки хладостойкости по реакции на ожог сварочной дугой
23273–78	Металлы и сплавы. Измерение твердости методом упругого отскока бойка (по Шору)
23338–91	Сварка металлов. Методы определения содержания диффузионного водорода в наплавленном металле и металле шва
23401–90	Порошки металлические. Катализаторы и носители. Определение удельной поверхности
23402–78	Порошки металлические. Микроскопический метод определения размеров частиц
23479–79	Контроль неразрушающий. Методы оптического вида. Общие требования
23480–80	Контроль неразрушающий. Методы радиоволнового вида. Общие требования
23483–79	Контроль неразрушающий. Методы теплового вида. Общие требования
23677–79	Твердомеры для металлов. Общие технические требования.
23750–79	Аппараты искусственной погоды на ксеноновых излучателях. Общие технические требования
23764–79	Гамма–дефектоскопы. Общие технические условия
23829–89	Контроль неразрушающий акустический. Термины и определения
23870–79	Свариваемость сталей. Метод оценки влияния сварки плавлением на основной металл
23904–79	Пайка. Метод определения смачивания материалов припоями
24034–80	Контроль неразрушающий радиационный. Термины и определения
24054–80	Изделия машиностроения и приборостроения. Методы испытаний на герметичность. Общие требования
24104–2001	Весы лабораторные. Общие технические требования
24167–80	Соединения паяные. Метод испытаний на изгиб

24289–80	Контроль неразрушающий вихретоковый. Термины и определения
24450–80	Контроль неразрушающий магнитный. Термины и определения
24507–80	Контроль неразрушающий. Поковки из черных и цветных металлов. Методы ультразвуковой дефектоскопии
24521–80	Контроль неразрушающий оптический. Термины и определения
24522–80	Контроль неразрушающий капиллярный. Термины и определения
24648–90	Чугун для отливок. Отбор проб и изготовление образцов для механических испытаний
24715–81	Соединения паяные. Методы контроля качества
24916–81	Сплавы твердые спеченные. Метод определения коэрцитивной силы
25002–81	Устройства судовые грузовые стреловые. Ряд грузоподъемностей
25095–82	Сплавы твердые спеченные. Метод определения модуля упругости (модуля Юнга)
25172–82	Сплавы твердые спеченные. Метод определения твердости по Виккерсу
25225–82	Контроль неразрушающий. Швы сварных соединений трубопроводов. Магнитографический метод
25279–93	Порошки металлические. Определение плотности после утряски
25280–90	Порошки металлические. Метод определения уплотняемости
25281–82	Металлургия порошковая. Метод определения плотности формовок
25282–93	Порошки металлические. Метод определния прочности прессовок
25283–93	Материалы спеченные проницаемые. Определение проницаемости жидкостей
25313–82	Контроль неразрушающий радиоволновой. Термины и определения
25314–82	Контроль неразрушающий тепловой. Термины и определения

25315–82	Контроль неразрушающий электрический. Термины и определения
25336–82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
25347–82	Основные нормы взаимозаменяемости. Единая система допусков и посадок. Поля допусков и рекомендуемые посадки
25502–82	Объективы. Метод определения фотографической разрешающей способности
25541–82	Электрорадиография. Термины и определения
25698–98	Материалы металлические спеченные, исключая твердые сплавы. Определение кажущейся твердости материалов в основном с равномерной твердостью по сечению
25849–83	Порошки металлические. Метод определения формы частиц
25947–83	Сплавы твердые спеченные. Метод определения удельного электрического сопротивления
25997–83	Сварка металлов плавлением. Статистическая оценка качества по результатам неразрушающего контроля
26007–83	Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Методы испытания на релаксацию напряжений
26126–84	Контроль неразрушающий. Соединения паяные. Ультразвуковые методы контроля качества
26182–84	Контроль неразрушающий. Люминесцентный метод течеискания
26388–84	Соединения сварные. Методы испытаний на сопротивляемость образованию холодных трещин при сварке плавлением
26389–84	Соединения сварные. Методы испытаний на сопротивляемость образованию горячих трещин при сварке плавлением
26446–85	Соединения паяные. Методы испытаний на усталость
26528–98	Материалы металлические спеченные, исключая твердые сплавы. Метод испытания на ударный изгиб
26529–85	Материалы порошковые. Метод испытания на радиальное сжатие

26849–86	Материалы порошковые. Метод определения величины пор
26877–91	Металлопродукция. Методы измерения отклонений формы
27034–86	Сплавы твердые спеченные. Метод определения предела прочности и предела текучести при сжатии
27069–86	Ферросплавы, хром и марганец металлические. Методы определения углерода
27333–87	Контроль неразрушающий. Измерение удельной электрической проводимости цветных металлов вихретоковым методом
27637–88	Полуфабрикаты из алюминиевых деформируемых термоупрочняемых сплавов. Контроль микроструктуры на пережог металлографическим методом
27674–88	Трение, изнашивание и смазка. Термины и определения
27750–88	Контроль неразрушающий. Покрытия восстановительные. Методы контроля толщины покрытий
27860–88	Детали трущихся сопряжений. Методы измерения износа
27947–88	Контроль неразрушающий. Рентгенотелевизионный метод. Общие требования
28033–89	Сталь. Метод рентгенофлюоресцентного анализа
28177–89	Глины формовочные бентонитовые. Общие технические условия
28192–89	Отходы цветных металлов и сплавов. Методы отбора, подготовки проб и методы испытаний
28277–89	Контроль неразрушающий. Соединения сварные. Электрорадиографический метод. Общие требования
28515–97	Медь. Метод испытания проб на удлинение спирали
28517–90	Контроль неразрушающий. Масс–спектрометрический метод течеискания. Общие требования
28830–90	Соединения паяные. Методы испытаний на растяжение и длительную прочность
28868–90	Металлы и сплавы цветные. Измерение твердости методом ударного отпечатка
30003–93	Металлы. Испытание на изгиб навивкой листов и лент толщиной менее 2,5 мм

30311–96	Титан губчатый. Метод определения твердости по Бринеллю
30415–96	Сталь. Неразрушающий контроль механических свойств и микроструктуры металлопродукции магнитным методом
30432–96	Трубы металлические. Методы отбора проб, заготовок и образцов для механических и технологических испытаний
30456–97	Металлопродукция. Прокат листовой и трубы стальные. Методы испытания на ударный изгиб
30479–97	Обеспечение износостойкости изделий. Методы установления предельного износа, обеспечивающего требуемый уровень безопасности. Общие требования
30480–97	Обеспечение износостойкости изделий. Методы испытаний на износостойкость. Общие требования
30608–98	Бронзы оловянные. Метод рентгенофлуоресцентного анализа
30609–98	Латуни литейные. Метод рентгенофлюоресцентного анализа
Р 50575–93	Проволока стальная. Требования к цинковому покрытию и методы испытания покрытия
Р 50708–94	Проволока. Метод испытания на знакопеременное скручивание
Р 50724.1-3–94	Ферросплавы
Р 51163–98	Покрытия термодиффузионные цинковые на крепежных и других мелких изделиях. Общие требования и методы контроля
Р 51713–2001	Слитки черных и цветных металлов. Допустимые уровни удельной активности гамма-излучающих радионуклидов. Метод радиационного контроля
Р 51780–2001	Контроль неразрушающий. Методы и средства испытаний на герметичность. Порядок и критерии выбора
Р 51927–2002	Сталь и чугун. Атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой спектральный метод определения кальция
Р 51928–2002	Сплавы и порошки жаропрочные на никелевой основе. Методы определения бора

Р 52081–2003	Контроль неразрушающий. Метод магнитной памяти металла. Термины и определения
8.398–80	Государственная система обеспечения единства измерений. Приборы для измерения твердости металлов и сплавов. Методы и средства поверки
9.005–72	Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы, сплавы, металлические и неметаллические неорганические покрытия. Допустимые и недопустимые контакты с металлами и неметаллами
9.008–82	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Термины и определения
9.014–78	Единая система защиты от коррозии и старения. Временная противокоррозионная защита изделий. Общие требования
9.019–74	Единая система защиты от коррозии и старения. Сплавы алюминиевые и магниевые. Методы ускоренных испытаний на коррозионное растрескивание
9.021–74	Единая система защиты от коррозии и старения. Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы ускоренных испытаний на межкристаллитную коррозию
9.031–74	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия анодно–окисные полуфабрикатов из алюминия и его сплавов. Общие требования и методы контроля
9.039–74	Единая система защиты от коррозии и старения. Коррозионная агрессивность атмосферы
9.040–74	Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы и сплавы. Расчетно-экспериментальный метод ускоренного определения коррозионных потерь в атмосферных условиях
9.101–78	Единая система защиты от коррозии и старения. Основные положения
9.103–78	Единая система защиты от коррозии и старения. Временная противокоррозионная защита металлов и изделий. Термины и определения
9.301–86	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Правила приемки и методы контроля

9.302–88	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Методы контроля
9.303–86	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Общие требования к выбору
9.304–87	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия газотермические. Общие требования и методы контроля
9.305–84	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Операции технологических процессов получения покрытий
9.306–85	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Обозначения
9.307–89	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия цинковые горячие. Общие требования и методы контроля
9.308–85	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Методы ускоренных коррозионных испытаний
9.311–87	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Метод оценки коррозионных поражений
9.312–89	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия защитные. Методы определения жаростойкости
9.313–89	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические на пластмассах. Общие требования и технологические операции
9.315–91	Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия алюминиевые горячие. Общие требования и методы контроля

Р 9.517–2003	Единая система защиты от коррозии и старения. Временная противокоррозионная защита изделий. Методы испытаний
9.708–83	Единая система защиты от коррозии и старения. Пластмассы. Методы испытаний на старение при воздействии естественных и искусственных климатических факторов
9.901.1–89	Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы и сплавы. Общие требования к методам испытаний на коррозионное растрескивание
9.901.2–89	Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы и сплавы. Испытания на коррозионное растрескивание образцов в виде изогнутого бруса
9.901.4–89	Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы и сплавы. Испытания на коррозионное растрескивание образцов при одноосном растяжении
9.903–81	Единая система защиты от коррозии и старения. Стали и сплавы высокопрочные. Методы ускоренных испытаний на коррозионное растрескивание
9.904–82	Единая система защиты от коррозии и старения. Сплавы алюминиевые. Метод ускоренных испытаний на расслаивающую коррозию
9.905–82	Единая система защиты от коррозии и старения. Методы коррозионных испытаний. Общие требования
9.906–83	Единая система защиты от коррозии и старения. Станции климатические испытательные. Общие требования
9.907–83	Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы, сплавы, покрытия металлические. Методы удаления продуктов коррозии после коррозионных испытаний
9.908–85	Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы и сплавы. Методы определения показателей коррозии и коррозионной стойкости
9.909–86	Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы, сплавы, покрытия металлические и неметаллические неорганические. Методы испытаний на климатических испытательных станциях

9.910–88	Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы, сплавы, покрытия жаростойкие. Метод испытания на термоусталость в газовых потоках на клиновидных образцах
9.911–89	Единая система защиты от коррозии и старения. Сталь атмосферостойкая. Метод ускоренных коррозионных испытаний
9.912–89	Единая система защиты от коррозии и старения. Стали и сплавы коррозионностойкие. Методы ускоренных испытаний на стойкость к питтинговой коррозии
9.913–90	Единая система защиты от коррозии и старения. Алюминий, магний и их сплавы. Методы ускоренных коррозионных испытаний
9.914–91	Единая система защиты от коррозии и старения. Стали коррозионностойкие аустенитные. Электрохимические методы определения стойкости против межкристаллитной коррозии
23.201–78	Обеспечение износостойкости изделий. Метод испытания материалов и покрытий на газоабразивное изнашивание с помощью центробежного ускорителя
23.204–78	Обеспечение износостойкости изделий. Метод оценки истирающей способности поверхностей при трении
23.205–79	Обеспечение износостойкости изделий. Ускоренные ресурсные испытания с периодическим форсированием режима
23.207–79	Обеспечение износостойкости изделий. Метод испытаний машиностроительных материалов на ударно-абразивное изнашивание
23.208–79	Обеспечение износостойкости изделий. Метод испытания материалов на износостойкость при трении о нежестко закрепленные абразивные частицы
23.211–80	Обеспечение износостойкости изделий. Метод испытаний материалов на изнашивание при фреттинге и фреттинг-коррозии
23.212–82	Обеспечение износостойкости изделий. Метод испытаний материалов на изнашивание при ударе в условиях низких температур

23.213–83	Обеспечение износостойкости изделий. Метод оценки противозадирных свойств машиностроительных материалов
23.216–84	Обеспечение износостойкости изделий. Метод испытаний материалов на трение и изнашивание при смазывании маслохладоновыми смесями
23.218–84	Обеспечение износостойкости изделий. Метод определения энергоемкости при пластической деформации материалов
23.219–84	Обеспечение износостойкости изделий. Метод испытаний на износостойкость материалов и деталей при гидроэрозионном изнашивании дисперсными частицами
23.220–84	Обеспечение износостойкости изделий. Метод оценки истирающей способности поверхностей восстановленных валов
23.224–86	Обеспечение износостойкости изделий. Методы оценки износостойкости восстановленных деталей
23.301–78	Обеспечение износостойкости изделий. Приборы для измерения износа методом вырезанных лунок. Технические требования
25.502–79	Расчеты и испытания на прочность в машиностроении. Методы механических испытаний металлов. Методы испытаний на усталость
25.503–97	Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Метод испытания на сжатие
25.505–85	Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Метод испытаний на малоцикловую усталость при термомеханическом нагружении
25.506–85	Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении

2. ГОСТы, использованные в главе 10

492–73	Никель, сплавы никелевые и медно-никелевые, обрабатываемые давлением. Марки.
493–79	Бронзы безоловянные литейные. Марки.
1020–97	Латуни литейные в чушках. Технические условия.
1652.1–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения меди
1652.2–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения свинца
1652.3–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения железа
1652.4–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения марганца
1652.5–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения олова
1652.6–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения сурьмы
1652.7–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения висмута
1652.8–77	Сплавы медно–цинковые. Методы определения мышьяка
1652.9–77	Сплавы медно-цинковые . Методы определения серы
1652.10–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения алюминия
1652.11–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения никеля
1652.12–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения кремния
1652.13–77	Сплавы медно-цинковые. Методы определения фосфора
1953.1–79	Бронзы оловянные. Методы определения меди
1953.2–79	Бронзы оловянные. Методы определения свинца
1953.3–79	Бронзы оловянные. Методы определения олова
1953.4–79	Бронзы оловянные. Методы определения фосфора
1953.5–79	Бронзы оловянные. Методы определения никеля
1953.6–79	Бронзы оловянные. Методы определения цинка
1953.7–79	Бронзы оловянные. Методы определения железа
1953.8–79	Бронзы оловянные. Методы определения алюминия
1953.9–79	Бронзы оловянные. Методы определения кремния
1953.10–79	Бронзы оловянные. Методы определения сурьмы
1953.11–79	Бронзы оловянные. Методы определения висмута
1953.12–79	Бронзы оловянные. Методы определения серы
1953.13–79	Бронзы оловянные. Метод определения марганца
1953.14–79	Бронзы оловянные. Метод определения магния
1953.15–79	Бронзы оловянные. Методы определения мышьяка
1953.16–79	Бронзы оловянные. Метод определения титана
2604.1–77	Чугун легированный. Методы определения углерода
2604.2–86	Чугун легированный . Методы определения серы
2604.3–83	Чугун легированный. Методы определения кремния

2604.4–87	Чугун легированный. Методы определения фосфора
2604.5–84	Чугун легированный. Методы определения марганца
2604.6–77	Чугун легированный. Методы определения хрома
2604.7–84	Чугун легированный. Методы определения ванадия
2604.8–77	Чугун легированный. Методы определения никеля
2604.9–83	Чугун легированный. Методы определения меди
2604.10–77	Чугун легированный. Метод определения титана
2604.11–85	Чугун легированный. Методы определения мышьяка
2604.14–82	Чугун легированный. Методы определения кобальта
3240.0–76	Сплавы магниевые. Общие требования к методам анализа
3240.1–76	Сплавы магниевые. Методы определения алюминия
3240.2–76	Сплавы магниевые. Методы определения марганца
3240.3–76	Сплавы магниевые. Методы определения цинка
3240.4–76	Сплавы магниевые. Методы определения индия
3240.5–76	Сплавы магниевые. Методы определения циркония
3240.6–76	Сплавы магниевые. Методы определения кадмия
3240.7–76	Сплавы магниевые. Метод определения кальция
3240.8–76	Сплавы магниевые. Метод определения кремния
3240.9–76	Сплавы магниевые. Методы определения лантана
3240.10–76	Сплавы магниевые. Метод определения лития
3240.11–76	Сплавы магниевые. Метод определения калия
3240.12–76	Сплавы магниевые. Методы определения меди
3240.13–76	Сплавы магниевые. Метод определения натрия
3240.14–76	Сплавы магниевые. Метод определения неодима
3240.15–76	Сплавы магниевые. Методы определения никеля
3240.16–76	Сплавы магниевые. Методы определения суммы РЗМ и церия
3240.17–76	Сплавы магниевые. Методы определения серебра
3240.18–76	Сплавы магниевые. Метод определения титана
3240.19–76	Сплавы магниевые. Метод определения хлора
3240.20–76	Сплавы магниевые. Методы определения железа
3240.21–76	Сплавы магниевые. Метод определения бериллия
6012–98	Никель. Методы химико-атомно-эмиссионного анализа
6563–75	Изделия технические из благородных металлов и сплавов
6689.1–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения меди

6689.2–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения никеля
6689.3–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Метод определения суммы никеля и кобальта
6689.4–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения цинка
6689.5–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения железа
6689.6–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения марганца
6689.7–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения кремния
6689.8–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения алюминия
6689.9–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения кобальта
6689.10–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения углерода
6689.11–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Метод определения вольфрама
6689.12–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения магния
6689.13–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения мышьяка
6689.14–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения хрома
6689.15–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения сурьмы
6689.16–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения цинка, кадмия, свинца, висмута и олова
6689.17–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения висмута
6689.18–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения серы
6689.19–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения фосфора
6689.20–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения свинца

6689.21–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения титана
6689.22–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения олова
6689.24–92	Сплавы никелевые и медно-никелевые. Метод определения кальция
7727–81	Сплавы алюминиевые. Методы спектрального анализа
7565–81	Чугуны, стали и сплавы. Метод отбора проб для определения химического состава
7728–79	Сплавы магниевые. Методы спектрального анализа
9716.1–79	Сплавы медно-цинковые. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра
9716.2–79	Сплавы медно-цинковые. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектра
9716.3–79	Сплавы медно-цинковые. Метод спектрального анализа по окисным образцам с фотографической регистрацией спектра
11739.1–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения оксида алюминия
11739.2–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения бора
11739.3–99	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения бериллия
11739.4–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения висмута
11739.5–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения ванадия
11739.6–99	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения железа
11739.7–99	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения кремния
11739.8–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Метод определения калия
11739.9–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения кадмия

11739.10–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Метод определения лития
11739.11–98	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения магния
11739.12–98	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения марганца
11739.13–98	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения меди
11739.14–99	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения мышьяка
11739.15–99	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Метод определения натрия
11739.16–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения никеля
11739.17–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения олова
11739.18–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Метод определения свинца
11739.19–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения сурьмы
11739.20–99	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Метод определения титана
11739.21–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения хрома
11739.22–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения РЗМ и иттрия
11739.23–99	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения циркония
11739.24–98	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения цинка
11739.25–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения скандия
11739.26–90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения галлия
12344–88	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения углерода
12345–2001	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения серы

12346–78	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения кремния
12347–77	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения фосфора
12348–78	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения марганца
12349–83	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения вольфрама
12350–78	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения хрома
12351–81	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения ванадия
12352–81	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения никеля
12353–78	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения кобальта
12354–81	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения молибдена
12355–78	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения меди
12356–81	Стали легированные и высоколегированные. Метод определения титана
12357–84	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения алюминия
12358–2002	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения мышьяка
12359–99	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения азота
12360–82	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения бора
12361–2002	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения ниобия
12362–79	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения микропримесей сурьмы, свинца, олова, цинка и кадмия
12363–79	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения селена

12364–84	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения церия
12365–84	Стали легированные и высоколегированные. Методы определения циркония
15527–70	Сплавы медно-цинковые (латуни), обрабатываемые давлением. Марки.
15027.1–77	Бронзы безоловянные. Метод определения меди
15027.2–77	Бронзы безоловянные. Методы определения алюминия
15027.3–77	Бронзы безоловянные. Методы определения железа
15027.4–77	Бронзы безоловянные. Методы определения марганца
15027.5–77	Бронзы безоловянные. Методы определения никеля
15027.6–77	Бронзы безоловянные. Методы определения кремния
15027.7–77	Бронзы безоловянные. Методы определения свинца
15027.8–77	Бронзы безоловянные. Методы определения мышьяка
15027.9–77	Бронзы безоловянные. Методы определения сурьмы
15027.10–77	Бронзы безоловянные. Методы определения олова
15027.11–77	Бронзы безоловянные. Методы определения фосфора
15027.12–77	Бронзы безоловянные. Методы определения цинка
15027.13–77	Бронзы безоловянные. Методы определения бериллия
15027.14–77	Бронзы безоловянные. Методы определения титана
15027.15–83	Бронзы безоловянные. Методы определения кобальта
15027.16–86	Бронзы безоловянные. Методы определения кадмия
15027.17–86	Бронзы безоловянные. Методы определения серебра
15027.18–86	Бронзы безоловянные. Методы определения хрома
15027.19–86	Бронзы безоловянные. Методы определения теллура
15027.20–88	Бронзы безоловянные. Методы определения магния
17711–93	Сплавы медно–цинковые (латуни), литейные. Марки.
17745–90	Стали и сплавы. Методы определения газов
18175–78	Бронзы безоловянные, обрабатываемые давлением. Марки.
18895–97	Сталь. Метод фотоэлектрического спектрального анализа
19241–80	Никель и низколегированные никелевые сплавы, обрабатываемые давлением. Марки.
20068.1–79	Бронзы безоловянные. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектров
20068.2–79	Бронзы безоловянные. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектров

20068.3–79	Бронзы безоловянные. Метод спектрального анализа по окисным стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра
20068.4–88	Бронзы безоловянные. Метод рентгеноспектрального флюоресцентного определения алюминия
21132.0–75	Алюминий и сплавы алюминиевые. Метод определения содержания водорода в жидком металле
21132.1–98	Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы определения водорода в твердом металле вакуум-нагревом
22536.0–87	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Общие требования к методам анализа
22536.1–88	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения общего углерода и графита
22536.2–87	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения серы
22536.3–88	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения фосфора
22536.4–88	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения кремния
22536.5–87	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения марганца
22536.6–88	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения мышьяка
22536.7–88	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения хрома
22536.8–87	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения меди
22536.9–88	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения никеля
22536.10–88	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения алюминия
22536.11–87	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения титана
22536.12–88	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения ванадия
22536.14–88	Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Метод определения циркония
23859.1–79	Бронзы жаропрочные. Метод определения меди

23859.2–79	Бронзы жаропрочные. Методы определения кремния
23859.3–79	Бронзы жаропрочные. Методы определения хрома
23859.4–79	Бронзы жаропрочные. Метод определения фосфора
23859.5–79	Бронзы жаропрочные. Методы определения железа
23859.6–79	Бронзы жаропрочные. Метод определения никеля
23859.7–79	Бронзы жаропрочные. Метод определения свинца
23859.8–79	Бронзы жаропрочные. Методы определения циркония
23859.9–79	Бронзы жаропрочные. Метод определения кобальта
23859.10–79	Бронзы жаропрочные. Определение хрома, никеля, кобальта, железа, цинка, магния и титана методом атомно-абсорбционной спектроскопии
23932–90	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия
24231–80	Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа
24978–91	Сплавы медно-цинковые. Методы определения цинка
25086–87	Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа
2604.13–82	Чугун легированный. Методы определения алюминия
27611–88	Чугун. Метод фотоэлектрического спектрального анализа
27809–95	Чугун и сталь. Методы спектрографического анализа
29117–91	Стали легированные и высоколегированные. Метод определения висмута
8.315–97	Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Общие положения
Р 50424–92	Сталь и чугун. Метод определения кальция
Р 51927–2002	Сталь и чугун. Атомно–эмиссионный с индуктивно связанной плазмой спектральный метод определения кальция
Р 50965–96	Алюминий и сплавы алюминиевые. Метод определения водорода в твердом металле
Р 51056–97	Стали легированные и высоколегированные. Атомно-эмиссионный спектральный метод определения вольфрама и молибдена

3. Основные международные стандарты (ИСО), используемые или рекомендуемые для использования при контроле качества металлов, их сварных и паяных соединений

К главе 1

146:1982	Материалы металлические. Испытание на твердость. Поверка приборов для определения твердости по Виккерсу от HV 0,2 до HV 100
185:2005	Чугун серый литейный. Классификация
204:1997	Материалы металлические. Непрерывное испытание на ползучесть при растяжении. Метод испытания
779:2005	Бумага, картон и целлюлоза. Определение содержания железа
783:1999	Материалы металлические. Прочность на разрыв при повышенной температуре
1088:1985	Измерение потоков жидкости в открытых руслах и каналах. Методы "скорость-площадь". Сбор и обработка исходных данных для определения погрешности измерений
2892:1973	Чугун аустенитный
3738-1:1982	Сплавы твердые. Испытание твердости по Роквеллу (шкала А). Часть 1. Метод испытания
3738-2:1988	Часть 2. Подготовка и калибровка образцовых блоков
4100:1980	Транспорт дорожный. Всемирный код обозначения фирм-изготовителей деталей
4965:1979	Машины для испытания на усталость при осевой нагрузке. Калибрование динамических усилий. Методика с применением тензометра.
5922:2005	Чугун ковкий
6506-1:2005	Материалы металлические. Определение твердости по Бринеллю. Часть 1. Метод испытания
6506-2:2005	Часть 2. Поверка и калибровка испытательных машин
6506-3:2005	Часть 3. Калибрование контрольных образцов
6506-4:2005	Часть 4. Таблица значений твердости
6507-1:2005	Материалы металлические. Определение твердости по Виккерсу. Часть 1. Метод испытания
6507-2:2005	Часть 2. Поверка и калибровка испытательных машин
6507-3:2005	Часть 3. Калибрование контрольных образцов
6507-4:2005	Часть 4. Таблица значений твердости
6508-1:2005	Материалы металлические. Определение твердости по Роквеллу. Часть 1. Метод определения (шкалы A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)

6508-2:2005	Часть 2. Поверка и калибровка испытательных приборов(шкалы A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)
6508-3:2005	Часть 3. Калибровка контрольных образцов (шкалы A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)
6892:1998	Материалы металлические. Испытания на растяжение при температуре окружающей среды
6898:1984	Прессы механические с С-образной станиной. Расчет мощности и размеры
7438:2005	Материалы металлические. Испытание на загиб
7500-1:2004	Материалы металлические. Проверка машин для статических одноосных испытаний. Часть 1. Машины для испытания на растяжение/сжатие. Проверка и калибрование системы измерения усилия
7799:1985	Материалы металлические. Листы и полосы толщиной 3 мм и менее. Испытание на знакопеременный изгиб
7801:1984	Материалы металлические. Проволока. Проба на перегиб
8491:1998	Материалы металлические. Трубы (отрезки). Испытание на изгиб
8492:1998	Материалы металлические. Трубы. Испытание на сплющивание
8494:1998	Материалы металлические. Трубы. Испытание на отбортовку
8568:1989	Удар механический. Машины для испытаний. Характеристики и эксплуатационные качества
9649:1990	Материалы металлические. Проволока. Испытание на кручение с изменением направления
20482:2003	Материалы металлические. Листы и полосы. Испытание на вытяжку по Эриксену
R 293:1981	Сталь. Метод испытания на ползучесть при высоких температурах (прерывистые нагрузки и температура)
R 294:1981	Сталь. Непрерывное испытание на ползучесть при повышенных температурах
R 295:1981	Сталь. Методы определения длительной прочности при повышенных температурах
R 442:1985	Копры маятниковые для ударных испытаний стали. Методы поверки

К главе 2

3834-1:2005	Требования к качеству сварки плавлением металлических материалов. Часть 1. Критерии по выбору соответствующего уровня требований к качеству
3834-2:2005	Часть 2. Исчерпывающие требования к качеству
3834-3:2005	Часть 3. Стандартные требования к качеству
3834-4:2005	Часть 4. Элементарные требования к качеству
4126-1:2004	Предохранительные устройства для защиты от избыточного давления. Часть 1. Предохранительные клапаны
4136:2001	Разрушающие испытания сварных швов на металлических материалах. Испытание на растяжение образца с поперечным швом
5173:2000	Испытания разрушающие на сварных швах в металлических материалах. Испытания на загиб
5179:1983	Пайка. Метод исследования паяемости на образце с переменным зазором
5187:1985	Сварка и аналогичные процессы. Соединения, паянные мягкими и твердыми припоями. Методы механических испытаний
6520-1:1998	Сварка и аналогичные процессы. Классификация геометрических дефектов в металлических материалах. Часть 1. Сварка плавлением
7438:2005	Материалы металлические. Испытание на загиб
7500-1:2004	Материалы металлические. Проверка машин для статических одноосных испытаний. Часть 1. Машины для испытания на растяжение/сжатие. Проверка и калибрование системы измерения усилия

К Главе 4

2504:1973	Швы сварных соединений. Рентгенографический контроль и условия просмотра рентгеновских снимков. Применение рекомендуемых образцов эталонов чувствительности
3452:1984	Контроль неразрушающий. Контроль методом проникающих жидкостей. Основные принципы
3453:1984	Контроль неразрушающий. Капиллярная дефектоскопия. Средства проверки

3999:2004	Радиационная защита. Аппаратура для промышленной гамма-радиографии. Технические требования к эксплуатации, конструкции и испытаниям
5579:1998	Контроль неразрушающий. Радиографический контроль металлических материалов с помощью рентгеновских и гамма-лучей. Основные правила
9302:1994	Трубы стальные бесшовные и сварные (кроме труб, полученных дуговой сваркой под флюсом) напорные. Электромагнитный метод контроля герметичности
9303:1989	Трубы стальные бесшовные и сварные (кроме труб, полученных дуговой сваркой под флюсом) напорные. Ультразвуковой контроль всей периферийной поверхности для обнаружения продольных несовершенств
9304:1989	Трубы стальные бесшовные и сварные (кроме труб, полученных дуговой сваркой под флюсом) напорные. Контроль методом вихревых токов для обнаружения несовершенств
9402:1989	Трубы стальные бесшовные и сварные (кроме труб, полученных дуговой сваркой под флюсом) напорные. Испытание труб из ферромагнитной стали методом рассеяния по всей окружности флюса с помощью магнитного преоразователя для обнаружения продольных дефектов
9764:1989	Трубы стальные, полученные электрической контактной сваркой и индукционной сваркой, напорные. Ультразвуковой контроль сварного шва для обнаружения продольных несовершенств
17636:2003	Контроль неразрушающий сварных швов. Радиографическая дефектоскопия сварных соединений, полученных плавлением

К главе 5

1463:2003	Покрытия металлические и окисные. Измерение толщины покрытия. Микроскопический метод
2064:1996	Покрытия металлические и неметаллические покрытия. Определения и понятия, относящиеся к измерению толщины
2106:1982	Анодирование алюминия и алюминиевых сплавов. Определение массы анодированных окисных покрытий на единицу площади (поверхностной плотности). Гравиметрический метод
2177:2003	Покрытия металлические. Измерение толщины покрытия. Кулонометрический метод с применением анодного растворения

2178:1982	Покрытия немагнитные на магнитных основных металлах. Измерение толщины покрытия. Магнитный метод
2360:2003	Покрытия непроводящие на немагнитных электропроводящих исходных материалах. Измерение толщины покрытия. Метод вихревых токов
2361:1982	Электролитические никелевые покрытия на магнитных и немагнитных основах. Измерение толщины покрытия. Магнитный метод
2819:1980	Покрытия металлические на металлических подложках. Электроосажденные и химически осажденные покрытия. Обзор методов испытаний на прочность сцепления
3497:2000	Покрытия металлические. Измерение толщины покрытия. Спектрометрические рентгеновские методы
3543:2000	Покрытия металлические и неметаллические. Измерение толщины покрытия. Метод отраженных бета-лучей
3613:2000	Покрытия хроматные конверсионные по цинку, кадмию, алюминиево-цинковым и цинко-алюминиевым сплавам. Методы испытаний
3882:2003	Металлические и неметаллические покрытия. Обзор методов измерения толщины
3892:2000	Покрытия конверсионные по металлическим материалам. Определение массы покрытия на единицу площади. Гравиметрические методы
4516:2002	Покрытия металлические и неметаллические. Определение микротвердости по Виккерсу и Кнупу
4518:1980	Покрытия металлические. Измерение толщины покрытия. Профилометрический метод
4522-1:1985	Покрытия металлические. Методы испытаний электроосажденных покрытий серебром и сплавами серебра. Часть 1. Определение толщины покрытия
4522-2:1985	Часть 2. Испытания на прочность сцепления
4524-1:1985	Покрытия металлические. Методы испытаний электролитических покрытий золотом и сплавами золота. Часть 1. Определение толщины покрытия
4524-3:1985	Часть 3. Электрографические испытания на пористость
4524-5:1985	Часть 5. Испытания на адгезию
7989-1:2006	Стальная проволока и проволочные изделия. Металлические покрытия из цветного металла стальной проволоки. Часть 1. Общие принципы

8401:1986	Покрытия металлические. Методы измерения пластичности

К главе 7

2740:1999	Материалы металлические спеченные, кроме твердых сплавов. Образцы для испытания на растяжение
3312:1987	Материалы металлокерамические и твердые сплавы. Определение модуля Юнга
3327:1982	Сплавы твердые спеченные. Определение предела прочности при поперечном изгибе.
3369:1975	Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности.
3738-1:1982	Сплавы твердые. Испытание твердости по Роквеллу (шкала А). Часть 1. Метод испытания
3738-2:1988	Часть 2. Подготовка и калибровка блоков образцовых
3878:1983	Сплавы твердые. Определение твердости по Виккерсу
3923-1:1979	Порошки металлические. Определение насыпной плотности. Часть 1. Метод с использованием воронки.
3923-2:1981	Часть 2. Метод определения с помощью волюмометра Скотта
3954:1977	Порошки для порошковой металлургии. Отбор проб
3995:1985	Порошки металлические. Определение прочности неиспеченного материала методом поперечного излома прямоугольных прессовок
4490:2001	Порошки металлические. Определение времени текучести с помощью калиброванной воронки (прибор Холла)
4491-4:1989	Порошки металлические. Определение содержания кислорода методами восстановления. Часть 4. Общий кислород при восстановлении–экстрагировании
4498-1:1990	Материалы металлические спеченные, кроме твердых сплавов. Определение кажущейся твердости. Часть 1. Материалы с практически одинаковой твердостью по сечению
4506:1979	Сплавы твердые. Испытание на сжатие
5754:1978	Материалы спеченные из металлических порошков (кроме твердых сплавов). Образцы без надреза для испытания на удар
11342:1998	Вибрация механическая. Методы и критерии балансировки гибких роторов

К главе 8

3651-1:1998	Стали нержавеющие. Определение стойкости к межкристаллитной корозии. Часть 1. Аустенитные и ферритно-аустенитные (дуплекс) нержавеющие стали. Коррозионное испытание в азотной кислоте посредством измерения потери массы (метод Хью)
3651-2:1998	Часть 2. Ферритные, аустенитные и ферритно-аустенитные (дуплекс) нержавеющие стали. Коррозионное испытание в среде, содержащей серную кислоту
7539-1:1987	Коррозия металлов и сплавов. Испытание на коррозию под напряжением. Часть 1. Основные указания к методикам испытаний
7539-2:1989	Часть 2. Приготовление и использование коромыслообразных образцов
7539-4:1989	Часть 4. Приготовление и использование образцов для испытания на одноосное растяжение
9591:2004	Коррозия алюминиевых сплавов. Определение стойкости к коррозионному растрескиванию под напряжением

К главе 9

3057:1998	Контроль неразрушающий. Металлографический метод реплик для исследования поверхности
3887:2003	Стали. Определение глубины обезуглероживания
4967:1998	Сталь. Определение содержания неметаллических включений. Микрографический метод с применением стандартных диаграмм

К главе 10

439:1994	Сталь и чугун. Определение содержания общего кремния.
629:1982	Сталь и чугун. Определение содержания марганца. Спектрофотометрический метод
671:1982	Сталь и чугун. Определение содержания серы. Титриметрический метод со сжиганием образца
1554:1976	Сплавы медные литые и обработанные давлением. Определение содержания меди. Электролитический метод

1812:1976	Сплавы медные. Определение содержания железа. Спектрофотометрический метод с применением 1,10-фенантролина
4740:1985	Медь и медные сплавы. Определение содержания цинка. Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени
4742:1984	Сплавы медные. Определение содержания никеля. Гравиметрический метод
4748:1984	Сплавы медные. Определение содержания железа. Титриметрический метод с применением Na2 EDTA
4749:1984	Сплавы медные. Определение содержания свинца. Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени
4751:1984	Медь и медные сплавы. Определение содержания олова. Спектрометрический метод
4829-1:1986	Сталь и чугун. Определение общего содержания кремния. Спектрофотометрический метод с применением восстановленного молибдосиликата. Часть 1. Содержание кремния от 0,05 до 1,0%
4935:1989	Сталь и чугун. Определение содержания серы. Метод поглощения инфракрасных лучей после сжигания в индукционной печи
4945:1977	Сталь. Определение содержания азота. Спектрофотометрический метод
7266:1984	Медь и медные сплавы. Определение содержания серы. Титриметрический метод после сжигания
14284:1996	Сталь и чугун. Отбор и приготовление образцов для определения химического состава
23529:2004	Каучук. Общие процедуры приготовления и кондиционирования испытательных образцов для испытаний физических свойств

Сборники стандартов ИСО

Изданы серии сборников полных текстов стандартов ИСО по определенным областям производства продукции. В стандартах ИСО 9000 предусмотрены подготовка производства, производство, контроль и испытания материалов.

Сборник 2. Единицы измерения

Единицы международной системы единиц (СИ) и рекомендации по их использованию. Общие принципы, касающиеся величин, единиц и условных обозначений. Отдельные стандарты на единицы физических величин,

применяемых в таких областях, как механика, теплота, молекулярная и ядерная физика и др.

№ 92-67-10061-3. 264 с. (1982).

Сборник 29. Сталь (3 тома).

Стандарты на сталь и многие промежуточные материалы при производстве стали.

Том 1. Общие правила, химический анализ, методы испытаний и др.

№ 92-67-10124-2. 410 с. (1986).

Том 2 Стали общего назначения: конструкционные стали, стали, предназначенные для работы под давлением, термически обработанные стали.

№ 92-67-10125-0. 710 с. (1986).

Том 3. Стали с покрытиями, белая и черная жесть, рельсовые стали, стальные трубы, магнитные стали.

№ 92-67-10126-9. 458 с. (1986).

Сборник 30. Цветные металлы.

Стандарты на 5 основных видов цветных металлов, их сплавы и промышленные изделия из них. Классификация и назначение, металлургический анализ с использованием традиционных и новых технологических методов; технические условия на материалы и изделия; отбор проб/образцов, механические свойства, анодирование.

№ 92-67-10129-3. 690 с. (1986).

Сборник 43. Испытание механических свойств металлов.

Стандарты на испытательное оборудование, методы отбора проб. Руководство по проверке механических свойств стали, чугуна, меди, легких металлов и их сплавов и спеченных материалов.

Стандарты по испытаниям на растяжение, определение твердости по Роквеллу, Виккерсу и Бринеллю. Испытания на удар и сопротивление усталости. Перевод единиц твердости стали из одной системы в другую.

№ 92-67-10142-0. 436 с. (1988).

Сборник 19. Сварка.

Стандарты на испытания сварных соединений, используемое оборудование, методы описания дефектов швов. Стандартизация устройств и материалов, используемых для всех видов сварки.

№ 92-67-10083-1. 422 с. (1984).

Сборник 20. Металлические и неметаллические покрытия.

Стандарты, относящиеся к различным видам покрытий, технические условия и различные методы испытаний. Классификация и словарь терминов на нескольких языках.

№ 92-67-10082. 400 с. (1984).

ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ[1]

Аустенит	Твердый раствор углерода и/или легирующих элементов в железе с гранецентрированной кубической решеткой
Абразивная стойкость	Способность материала противостоять истирающему, царапающему и режущему действию абразива
Антикоррозионное покрытие	Защитное покрытие, обеспечивающее стойкость к коррозии; различают металлические и неметаллические антикоррозионные покрытия
Аустенитная сталь	Сталь, имеющая после нормализации структуру аустенита
Бейнит	Метастабильная структура, состоящая из смеси частиц пересыщенного углеродом феррита с дисперсными карбидами, образующаяся из аустенита в температурном интервале между температурой образования перлита и температурой начала образования мартенсита (бейнитная область на С-образной диаграмме)
Волосовина	Дефект в виде нитевидных несплошностей в металле, расположенный вдоль направления деформации
Время пребывания в температурном интервале хрупкости (ТИХ)	Разность между временем достижения нижней и верхней границ ТИХ
Выносливость	Способность материала противостоять усталости; как правило, характеризуется пределом выносливости или долговечности при заданном напряжении циклического нагружения.
Выносливость при изгибе	Способность материала противостоять усталости при испытании изгибом, характеризуемая, как правило, пределом выносливости или долговечности при заданном напряжении циклического нагружения
Выносливость при кручении	Способность материала противостоять усталости при испытании кручением, характеризуемая, как правило, пределом выносливости или долговечности при заданном напряжении циклического нагружения.
Газовая пористость	Дефект в виде несплошностей округлой или неправильной формы, располагающийся в отдельных участках или по всему объему слитка или отливки

[1] Составлены на основе ГОСТов с учетом объяснений толкового словаря «Металлы. Строение. Обработка» / Под ред. В. Я. Кершенбаума, Б. А. Прусакова. – М.: Изд. центр «Наука и техника», 1999.

Газовая раковина	Дефект в виде полости, имеющий округлую или вытянутую форму со сглаженной поверхностью, расположенный в теле слитка или отливки (закрытая раковина) или выходящий на поверхность (открытая раковина)
Газовые пузыри	Дефект литого металла в виде несвязанных с поверхностью газовых полостей округлой или вытянутой формы, располагающийся в виде отдельных образований, строчек, скоплений отдельных пузырей или пузырей, соединенных между собой каналами во внутренних объемах слитка или отливки
Гетерогенная структура	Неоднородная структура металлов и сплавов
Глубина коррозии	Расстояние от исходной поверхности изделия (металла) вглубь до уровня, где отсутствуют признаки коррозионного разрушения
Гомогенизация	Процесс выравнивания состава и устранения концентрационных неоднородностей, как правило, осуществляется путем гомогенизационного отжига с нагревом как ниже, так и выше температуры неравновесного солидуса
Диффузия	Процесс перехода вещества из одной части системы в другую вследствие теплового движения частиц, в результате которого устанавливается равновесная концентрация внутри фаз
Длительная прочность	Способность материала, находящегося под действием напряжений, сопротивляться разрушению при данной (повышенной) температуре в течение заданного промежутка времени
Жаростойкость	Способность материалов при высоких температурах сопротивляться химическому взаимодействию с газами (коррозионному воздействию) в течение длительного времени
Задир	Повреждение поверхности трения в виде широких и глубоких борозд в направлении скольжения
Закалка	Термическая обработка, в результате которой в металлах и сплавах образуется неравновесная структура, а охлаждение, как правило, проводится со скоростью, превышающей скорость охлаждения на спокойном воздухе

Закалка стали	Термическая обработка, заключающаяся в аустенизации и последующем охлаждении в условиях, обеспечивающих полное или частичное превращение аустенита в мартенсит и, возможно, в бейнит
Закат	Дефект в виде наплыва металла, представляющий собой прикатанный налип или выступ на поверхности проката
Зернистый перлит, глобулярный перлит	Перлит, в котором цементит имеет вид округлых частиц (глобул)
Зерно	Кристаллит в поликристаллическом теле, отделенный от других кристаллитов большеугловой границей и обладающий определенной кристаллографической ориентировкой
Зона сплавления при сварке	Зона сварного шва, в которой соединение материалов осуществилось при затвердевании жидкой фазы; как правило в этой зоне металл нагревается в интервале температур содидус–ликвидус
Зона термического влияния при сварке и пайке	Участок основного металла при сварке и пайке, подвергшийся тепловому воздействию, в результате которого изменились структура и свойства материала, но при этом не происходило его плавления (в том числе при резании, наплавке и т.д.)
Изгиб	Вид деформации, приводящий к искривлению деформируемого материала в направлении под углом к продольной оси образца
Излом вязкий (волокнистый)	Излом, образующийся при вязком разрушении, обусловленный пластической деформацией зерен в процессе разрушения. Сопровождается заметной пластической макродеформацией
Излом камневидный	Хрупкий излом с металлическим блеском
Излом нафталинистый	Излом с характерным блеском, напоминающим блеск нафталина
Излом хрупкий (кристаллический)	Поверхность разрушения поликристаллического металла, образующаяся при хрупком разрушении и представляющая собой совокупность блестящих плоских фасеток, возникших в результате разрушения сколом множества отдельных кристаллитов (зерен). Излом не сопровождается заметной (макроскопической) пластической деформацией. Происходит в результате распространения хрупкой трещины
Износ	Изменение размеров, формы, массы или состояния поверхности материала (изделия) при трении; различают износ линейный (изменение размеров), объемный и

	массовый.
Интерметаллидное (интерметаллическое) включение	Промежуточная фаза, состоящая из двух или более металлов в виде кристаллов игольчатой, пластинчатой или многогранной формы
Испытание на вязкость разрушения	Механическое испытание, позволяющее определить критическое значение коэффициента интенсивности напряжений ($К_с$, $К_{1с}$, $К_{1д}$)
Испытание на изгиб	Механическое испытание, заключающееся в деформации материала в направлении под углом к продольной оси образца
Испытание на износ	Механическое испытание, проводимое с целью определения изменения размеров, формы или состояния поверхности образцов или изделий вследствие разрушения поверхностного слоя в процессе трения
Испытание на кручение	Механическое испытание материала, заключающееся в том, что в конечных сечениях рабочей части цилиндрического образца прикладывают два равных по величине и противоположно направленных крутящих момента, действующих в плоскостях, перпендикулярных оси образца.
Испытание на микротвердость	Метод определения твердости отдельных структурных составляющих сплава путем вдавливания в них алмазного индентора при малых нагрузках и измерения размера отпечатков с использованием микроскопа
Испытание на перегиб	Испытание для определения технологической пластичности полосы или проволоки путем выполнения определенного числа повторяющихся сгибаний на заданный угол и разгибаний
Испытание на ползучесть	Длительные механические испытания растяжением при повышенных температурах под действием постоянной нагрузки или напряжения, проводимые для оценки жаропрочности материала; предусматривают определение ползучести для заданных условий испытания
Испытание на твердость	Механическое испытание, заключающееся в определении твердости материала (макротвердости) или отдельных его структурных составляющих (микротвердости); в большинстве случаев твердость определяется как отношение нагрузки при вдавливании индентора в испытуемый материал к площади поверхности полученного отпечатка
Испытание на усталость	Механическое испытание, заключающееся в приложении к материалу (образцу) определенного числа циклов

	повторно-переменных напряжений
Карбид	Твердое вещество, представляющее собой химическое соединение углерода с одним или несколькими элементами
Коагуляция	Процесс укрупнения, например, выделений, пор и т.д.
Контроль капиллярный неразрушающий	Неразрушающий контроль, основанный на проникновении жидких веществ в капилляры на поверхности объекта контроля с целью их выявления
Контроль магнитный неразрушающий	Неразрушающий контроль, основанный на регистрации магнитных полей рассеяния, возникающих над дефектами, или на определении магнитных свойств объекта контроля
Контроль радиационный неразрушающий	Неразрушающий контроль, основанный на регистрации проходящего через изделие ионизирующего излучения
Контроль радиоволновой неразрушающий	Неразрушающий контроль, основанный на анализе взаимодействия электромагнитного излучения радиоволнового диапазона с объектом контроля
Контроль тепловой неразрушающий	Неразрушающий контроль, основанный на регистрации температурных полей объекта контроля
Контроль электрический неразрушающий	Неразрушающий контроль, основанный на регистрации параметров электрического поля, взаимодействующего с объектом контроля или возникающего в объекте контроля в результате внешнего воздействия
Коррозионная среда	Среда, в которой происходит коррозия металла
Коррозионная стойкость (сопротивление коррозии)	Способность металла сопротивляться коррозионному воздействию среды
Коррозионная хрупкость	Хрупкость металлов, возникающая в результате коррозионного воздействия (как правило, через границы зерен); проявляется в резком снижении пластичности
Коррозионные потери	Количество металла, превращенного в продукты коррозии за определенное время
Коррозия металлов	Разрушение изделий под воздействием окружающей среды; разрушение начинается с поверхности вследствие химического или электрохимического взаимодействия металлических тел с внешней средой

Коррозия под напряжением	Коррозия при одновременном воздействии коррозионной среды и механических напряжений
Коррозия сварных соединений	Коррозия, идущая по шву или рядом с ним
Коррозия эрозионная	Коррозия, происходящая при одновременном эрозионном воздействии
Кристаллит	Кристалл, формирующийся в металле в процессе роста в жидко-твердом состоянии
Критическая температура хрупкости (КТХ)	Температура перехода от вязкого разрушения к хрупкому, зависящая от температуры испытания. Характеризуется определенной величиной ударной вязкости или заданным уровнем вязкой составляющей в изломе
Ледебурит	Структура, состоящая из смеси зерен аустенита и цементита, образующаяся при эвтектическом превращении в системе железо–углерод
Ликвация	Неоднородность сплава по химическому составу, возникшая при кристаллизации
Ликвидус	Температура, выше которой сплав находится в жидком состоянии
Магнитная дефектоскопия	Неразрушающий метод контроля несплошностей поверхностей изделий из ферромагнитных материалов в приложенном или собственном магнитном поле, выявляемых с помощью скопления магнитной суспензии у несплошностей
Мартенсит	Метастабильный твердый раствор, образующийся в результате бездиффузионного превращения
Металл шва	Сплав, образованный расплавленным основным и наплавленным металлами или только переплавленным основным металлом
Металлография цветная	Область металлографии, в которой применяются методы выявления структуры путем окрашивания ее составляющих в различные цвета
Метод контроля разрушающий	Метод контроля, при котором происходит разрушение контролируемого изделия
Методы контроля механические (механические испытания)	Испытания, заключающиеся в определении механических свойств материалов

Методы контроля металлографические (металлографические исследования)	Методы изучения микро- и макроструктуры металлов и сплавов при различном увеличении или визуальном наблюдении
Методы контроля технологические	Методы, определяющие возможность осуществления технологического процесса изготовления изделия
Методы контроля физические	Методы, определяющие свойства металлов и сплавов в условиях, исключающих приложение силы (например, плотность, магнитные свойства, электропроводность, прохождение акустических волн и излучений)
Методы контроля фрактографические	Изучение строения изломов металла методами визуального рассмотрения, оптическими и физическими методами
Миграция границ зерен	Диффузионное перемещение границ зерен в металле под действием температуры и напряжений во времени
Модификатор	Элемент, специально вводимый в расплав с целью изменения размеров и формы кристаллитов (зерен), образующихся при затвердевании
Модуль сдвига	Модуль упругости для деформации сдвигом; определяется при испытании образца кручением; равен отношению касательного напряжения к вызванной им условной деформации
Модуль Юнга	Модуль упругости для деформации растяжением–сжатием; равен отношению нормального напряжения к вызванной им упругой (линейной) деформации.
Наварка	Нанесение слоя металла на поверхность изделия посредством сварки с применением давления
Надрез	Резкое изменение размеров и формы объекта, вызывающее концентрацию напряжений
Наплавка	Нанесение посредством сварки плавлением слоя металла на поверхность изделия
Наплавленный металл	Переплавленный присадочный металл, введенный в сварочную ванну или наплавленный на основной металл
Неметаллическое включение	Неметаллическая частица (оксид, сульфид, силикат и др.) в металлах и сплавах, образующаяся в результате раскисления металла, разрушения огнеупоров, окисления расплава и другими путями и не имеющая металлической связи с металлом
Непровар	Дефект в виде несплавления в сварном соединении вследствие неполного расплавления кромок или поверхностей ранее выполненных валиков сварного шва

Непропай	Дефект паяного соединения, проявляющийся в частичном или полном незаполнении паяльного зазора припоем
Неспай	Дефект паяного соединения, проявляющийся в отсутствии сцепления паяемого материала с материалом паяного шва
Нормализация	Термическая обработка сплавов железа, состоящая из аустенизации и охлаждения на воздухе
Обезуглероживание	Уменьшение содержания углерода в поверхностном слое металла (изделия)
Образец, проба	Специальная проба, изделие или его часть, используемые при исследовании, контроле или оценке
Отжиг	Термическая обработка, заключающаяся в нагреве металла до определенной температуры, выдержке и последующем охлаждении, проводимая с целью получения структуры, наиболее близкой к равновесной
Отпуск	Термическая обработка закаленной на мартенсит стали, заключающаяся в нагреве, при котором происходит распад и/или возврат и рекристаллизация мартенсита
Отпускная хрупкость	Переход стали в хрупкое состояние в результате отпуска в определенном интервале температур
Пайка	Образование соединения с межатомными связями путем нагрева соединяемых материалов ниже температуры их плавления, их смачивания припоем, затекания припоя в зазор и последующей его кристаллизации
Паяльный флюс	Вспомогательный материал, применяемый для удаления оксидов с поверхности паяемого материла и припоя или для предотвращения их образования
Перегрев	Нагрев металла до высокой температуры, при которой во время выдержки возникают крупное зерно и структурные изменения, охрупчивающие металл, которые могут быть устранены последующей термической обработкой
Пережог	Нагрев металла до высокой температуры, при которой во время выдержки возникают крупное зерно и структурные изменения, охрупчивающие металл: окисление или оплавление границ зерен, не устраняющиеся последующей термической обработкой
Перитектика (перитектическое превращение)	Процесс взаимодействия кристаллов твердого раствора с жидкостью, происходящий в двухкомпонентной системе изотермически при постоянной концентрации фаз и приводящий к образованию кристаллов другого твердого раствора

Перлит	Структура железоуглеродистых сплавов, представляющая собой смесь феррита и цементита, образующуюся при эвтектоидном превращении аустенита
Подрез зоны сплавления	Дефект в виде углубления по линии сплавления сварного шва с основным металлом
Подрез при пайке	Дефект паяного соединения, проявляющийся в виде незаполненного припоем углубления в паяемом материале у галтельного участка, образовавшегося вследствие локальной химической эрозии
Подслой	Каждый из слоев многослойного покрытия, расположенный под внешним слоем покрытия
Ползучесть	Непрерывная пластическая деформация, происходящая при постоянной температуре и постоянном напряжении (постоянной нагрузке) в зависимости от времени
Полирование механическое	Обработка поверхности основного покрываемого металла и (или) покрытия специальными пастами для уменьшения шероховатости и придания блеска
Полирование химическое	Обработка поверхности основного покрываемого металла и (или) покрытия в растворах с избирательным растворением для уменьшения шероховатости и придания блеска
Полирование электрохимическое	Химическое полирование под действием электрического тока от внешнего источника
Пора	Дефект в виде полости округлой формы, заполненной газом
Порошковый твердый сплав	Порошковый материал на основе карбидов или других высокотвердых веществ с металлической связкой, имеющий твердость свыше HRA 80
Предел выносливости (предел усталости)	Максимальное по абсолютному значению напряжение цикла, при котором еще не происходит усталостное разрушение до базы испытания (при числе циклов, не превышающем заданное)
Предел длительной прочности	Наибольшее условное напряжение, под действием которого материал при данной температуре разрушается через заданный промежуток времени
Предел длительной прочности	Наибольшее условное напряжение, под действием которого материал при данной температуре разрушается через заданный промежуток времени
Предел ограниченной выносливости	Максимальное по абсолютному значению напряжение цикла, соответствующее задаваемой циклической долговечности

Предел ползучести	Наибольшее условное растягивающее напряжение, при котором скорость или деформация ползучести за определенное время достигают заданной величины
Предел прочности (временное сопротивление разрыву) при растяжении	Условное напряжение, равное отношению максимальной нагрузки при растяжении, предшествующей разрушению, к начальной площади поперечного сечения образца
Предел прочности при изгибе	Условное напряжение, соответствующее максимальной нагрузке на диаграмме изгиба
Предел прочности при кручении	Касательное напряжение, равное отношению наибольшего момента при кручении, предшествующего разрушению, к полярному моменту сопротивления сечения образца
Предел прочности при сжатии	Условное напряжение, равное отношению максимальной нагрузки при сжатии, предшествующей разрушению, к начальной площади поперечного сечения образца
Предел текучести	Наименьшее условное напряжение, при котором появляются первые признаки макропластической деформации либо остаточная деформация достигает определенной заданной величины
Предел текучести	Наименьшее условное напряжение, при котором появляются первые признаки макропластической деформации и остаточная деформация при этом достигает величины не менее 0,05%
Предел упругости	Наибольшее условное напряжение, при котором пластическая деформация мала и обычно не превышает 0,05%
Припой	Материал для пайки и лужения с температурой плавления ниже температуры плавления паяемых материалов
Раковина	Полость, образующаяся в металле при его затвердевании
Раскисление	Процесс удаления из жидких металлов растворенного в них кислорода путем введения химических элементов, имеющих к кислороду большее химическое сродство, чем металл, составляющий основу расплава
Расслоение	Дефект в виде несплошностей, ориентированных строго вдоль направления деформации, и проявляющийся в изломе в виде трещин
Рафинирование	Очищение жидкого металла от вредных примесей
Рекристаллизация	Процесс образования и роста новых зерен с более совершенной структурой из исходных зерен той же фазы

Релаксация	Процесс самопроизвольного уменьшения напряжений в упруго-напряженном металле в условиях сохранения неизменными линейных размеров тела
Свищ в сварном шве	Дефект в виде воронкообразного углубления в сварном шве
Сквозная несплошность	Сквозной капилляр, соединяющий противоположные стенки объекта контроля
Солидус	Температура, ниже которой сплав находится в твердом состоянии
Сорбит	Структура железоуглеродистых сплавов: высокодисперсная разновидность перлита, образующаяся из аустенита при охлаждении или при отпуске из мартенсита
Стандарт (на сплав)	Документ, нормирующий химический состав, структуру, свойства сплава, сортамент, способы обработки, методы испытаний и т.д.
Старение	Термическая обработка, проводимая после закалки, заключающаяся в выдержке сплава при одной или нескольких температурах, обеспечивающих дисперсионное упрочнение твердого раствора
Стойкость против образования горячих трещин при сварке	Способность металла образовывать шов без горячих трещин при сварке конкретного узла в установленных режимах сварки
Структура металла	Строение металлов и сплавов, характеризующееся наличием фаз, дефектов, их количеством, взаиморасположением и формой
Твердый раствор	Твердая фаза, имеющая кристаллическую решетку металла растворителя, в которой находятся атомы одного или нескольких растворенных легирующих элементов
Текстура	Преимущественная ориентация кристаллической решетки зерен в поликристалле, вызывающая анизотропию свойств материала
Температурный интервал хрупкости (ТИХ)	Разность между верхней $T_{в.г}$ и нижней $T_{н.г}$ границами температурного интервала образования горячих трещин: ТИХ = $T_{в.г} - T_{н.г}$
Трехточечный изгиб	Изгиб с приложением нагрузки к образцу в середине расстояния между опорами
Трещина	Нарушение сплошности металла в виде щелевого разрыва. В сварном соединении трещины подразделяются на горячие, холодные и повторного нагрева

Трещина горячая	Трещина, возникающая в металле при высоких температурах
Трещина повторного нагрева	Трещина, возникающая при повторном термическом воздействии на металл шва
Трещина при ползучести	Трещина, возникающая при непрерывной пластической деформации, происходящей при постоянной температуре и постоянной нагрузке в зависимости от времени
Трещина сварного соединения	Дефект сварного соединения в виде разрыва в сварном шве и/или прилегающих к нему зонах
Трещина сварного соединения поперечная	Трещина сварного соединения, ориентированная поперек оси сварного шва
Трещина сварного соединения продольная	Трещина сварного соединения, ориентированная вдоль оси сварного шва
Трещина усталостная	Трещина, возникающая под действием переменных напряжений
Трещина холодная при сварке (ХТ)	Трещина, возникающая в металле при низких температурах
Троостит	Структура железоуглеродистых сплавов; высокодисперсная разновидность перлита, образующаяся из аустенита при охлаждении или при отпуске из мартенсита
Ударная вязкость	Удельная работа разрушения образца при ударном изгибе
Удлинение	Приращение расчетной длины образца до разрыва под действием приложенной силы
Усадочная раковина в сварном шве	Дефект в виде несплошности в металле, образующийся вследствие усадки во время затвердевания металла сварного шва и имеющий поверхность, характерную для свободной кристаллизации металла
Усадочная рыхлость	Дефект в виде скопления несплошностей неправильной формы, проявляющийся в виде отдельных участков с пористым ноздреватым строением без явных признаков пластической деформации
Усталостное разрушение	Разрушение металла нагружаемого объекта до полной потери его прочности или работоспособности вследствие распространения усталостной трещины
Усталость	Процесс постепенного накопления повреждений металла под действием переменных напряжений, приводящий к изменению структуры, свойств металла и вызывающий его разрушение

Усталость коррозионная	Процесс развития (накопления) повреждений, возникающих при одновременном воздействии переменных напряжений и коррозионных сред, вызывающих уменьшение долговечности
Усталость малоцикловая	Усталость материала, при которой усталостное повреждение или разрушение происходит при упруго-пластическом деформировании
Усталость многоцикловая	Усталость материала, при которой усталостное повреждение или разрушение происходит в основном при упругом деформировании
Фаза	Однородная часть гетерогенной структуры металла, имеющая собственный химический состав, свойства и отделенная от других фаз границей раздела
Фасетка	Участок хрупкого разрушения с блестящей кристаллической поверхностью, соизмеримый с размерами зерен
Феррит	Твердый раствор одного или нескольких легирующих элементов в железе с объемно-центрированной кубической решеткой
Флокены	Внутренняя трещина в металле, заполненная водородом под высоким давлением
Флюс для дуговой сварки	Сварочный флюс, защищающий дугу и сварочную ванну от вредного воздействия окружающей среды и используемый для металлургической обработки ванны
Флюс сварочный	Материал, используемый при сварке для химической очистки соединяемых поверхностей и улучшения качества шва
Фреттинг-коррозия	Коррозия при минимальном повторяющемся перемещении одной поверхности относительно другой в условиях воздействия коррозионной среды
Хладноломкость	Способность материала хрупко разрушаться при низких температурах, возрастающая с понижением температуры
Цвета побежалости	Окраска, приобретаемая поверхностью металла при повышенных температурах (при отпуске)
Цементит	Карбид железа (Fe_3C), являющийся структурной составляющей железоуглеродистых сплавов
Щелевая коррозия	Коррозия в щелях и зазорах между двумя металлами, а также в местах неплотного контакта метала с неметаллическим коррозионно-инертным материалом

Эвтектика	Смесь двух и более фаз, образующаяся из расплава при постоянной температуре во время эвтектического превращения и кристаллизующаяся при постоянной температуре
Экзогенное включение	Неметаллическое включение, образующееся в результате попадания в расплав шлака, частиц огнеупоров и др.
Электрод неплавящийся для дуговой сварки	Деталь из электропроводного материала, включаемая в цепь сварочного тока для подвода его к сварочной дуге и не расплавляющаяся при сварке
Электрод плавящийся для дуговой сварки	Металлический электрод, включаемый в цепь сварочного тока для подвода его к сварочной дуге, расплавляющийся при сварке и служащий присадочным металлом
Электрод покрытый	Плавящийся электрод для дуговой сварки, имеющий на поверхности покрытие, адгезионно связанное с металлом электрода
Эндогенное включение	Неметаллическое включение, образующееся в результате реакций, протекающих в расплаве
Эрозия	Постепенное разрушение поверхности металлических изделий в потоке газа или жидкости