ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛИ И СПЛАВЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЗОВ

ГОСТ 17745—90

Издание официальное

15 коп БЗ 3—90/291

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.14:543.06:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТАЛИ И СПЛАВЫ

Методы определения газов

Steels and alloys.
Methods for determination of gases

ГОСТ 17745—90

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает метод восстановительного плавления в вакууме или в потоке инертного газа-носителя для определения кислорода (при массовой доле от 0,0005 до 0,2%), азота (при массовой доле от 0,0005 до 0,8%) и водорода (при массовой доле от 0,00005 до 0,01%) и метод нагрева или плавления в вакууме или в потоке инертного газа-носителя для определения водорода (при массовой доле от 0,00005 до 0,01%) в сталях и сплавах на основе железа, никеля, кобальта, железо-никеля.

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, водорода и азота 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.

Метод восстановительного плавления применяется при разногласии в оценке качества сталей и сплавов.

Допускается по согласованию сторон применять методы для чугунов, ферросплавов и сплавов на основе марганца.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1990

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28437.

1.2. Отбор проб для изготовления образцов для анализа — по ГОСТ 7565.

Допускается отбор проб с помощью кварцевой трубки, размеры которой обеспечивают получение плотной пробы без пор и усадочных дефектов, а также специальных пробоотборников. Охлаждение проб осуществляют на воздухе или в воде.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для определения кислорода применяется экспресс-анализатор типа АК 7516 с техническими характеристиками:

время анализа — 82 с;

максимальная мощность — 11 кВА;

расход аргона 0,5 $дм^3$/мин;

чувствительный элемент — ячейка кулонометрического титрования.

2.2. Для определения азота применяется экспресс-анализатор типа АМ 7514 с техническими характеристиками:

время анализа — не более 120 с;

максимальная мощность — 11 кВА;

расход гелия — 1,02 $дм^3$/мин;

чувствительный элемент — детектор по теплопроводности.

2.3. Для определения водорода применяется прибор типа RH-2 фирмы «Леко» с техническими характеристиками:

расход газа — 0,26—0,30 $дм^3$/мин;

время анализа — не более 420 с;

максимальная мощность — 4,5 кВА;

чувствительный элемент — детектор по теплопроводности.

2.4. Блок-схемы проборов для измерения массовой доли газов в общем виде приведены на чертеже.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных приборов.

Перечень приборов приведен в приложении.

2.5. Весы для взвешивания образцов — любые, обеспечивающие требуемую точность взвешивания, в том числе и автоматические, которыми оборудованы приборы для газового анализа. Образцы для анализа взвешивают с пределом допускаемой погрешности, не превышающий 0,001 г при массе образцов до 0,1 г и 0,002 г — при массе образцов свыше 0,1 г.

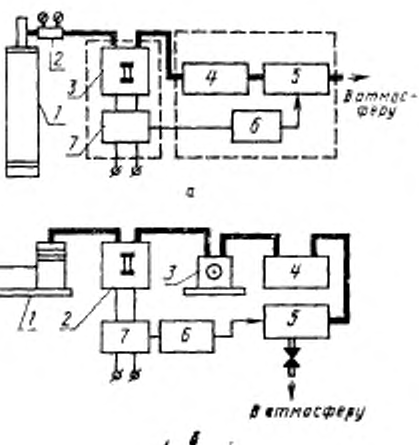
2.6. Материалы

Гелий газообразный чистотой не менее 99,99 %.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Водород газообразный по ГОСТ 3022.
Окись углерода газообразная чистотой не менее 99,5%.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Эфир серный.
Бензин авиационный по ГОСТ 1012.
Ангидрон.
Аскарит.
Меди (II) окись по ГОСТ 16539.
Фосфорный ангидрид.
Никель Н1, Н2 по ГОСТ 849.



Блок-схемы приборов для измерения массовой доли газов:

а — методом плавления (нагрева) в потоке инертного газа-носителя (*1* — источник инертного газа-носителя; *2* — редуктор; *3* — экстракционная печь; *4* — реакционный блок; *5* — аналитический блок; *6* — блок управления; *7* — блок электропитания печи)

б — методом плавления (нагрева) в вакууме (*1* — форвакуумный насос; *2* — экстракционная печь; *3* — газособирочный насос; *4* — реакционный блок; *5* — аналитический блок; *6* — блок управления; *7* — блок электропитания печи)

Олово 01, 02 по ГОСТ 860.
Бязь хлопчатобумажная по ГОСТ 11680.
Тигли графитовые.

Допускается использование других материалов, в том числе поставляемых фирмами-производителями приборов по качеству не ниже указанных в стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка образцов

3.1.1. Для анализа применяют компактные образцы с чистой без цветов побежалости поверхностью, без пор, раковин и заусенцев, обработанные на металлорежущих станках, напильником (надфилем) или абразивом, не содержащим соединений анализируемого (анализируемых) газов.

При определении массовой доли азота допускается использование образцов в виде крупной стружки.

При изготовлении образцов не допускается нагрев металла свыше 70°С.

Масса образцов должна составлять 0,05—2,0 г для определения массовой доли кислорода и азота и 0,05—12,0 г — для определения массовой доли водорода.

3.1.2. Для проведения анализа изготовляют не менее трех компактных образцов.

3.1.3. Перед проведением анализа образцы обезжиривают промывкой в спирте (эфире, авиационном бензине или четыреххлористом углероде). При определении массовой доли кислорода и азота допускается очистка образцов перед анализом физическими или физико-химическими методами, в том числе электрохимическим полированием и травлением в кислотах с применением ультразвука.

Если используются образцы в виде стружки, то допускается проведение анализа без их промывки.

3.2. Подготовка приборов к анализу

3.2.1. Подготовка приборов к анализу включает прогрев прибора, градуировку прибора по стандартным образцам или градуировочным газам, определение поправки контрольного опыта.

3.2.2. При определении поправки контрольного опыта выполняют те же операции, что и при анализе образцов (см. п. 4.1), за исключением операции загрузки образцов в керамический контейнер или графитовый тигель.

Определение поправки контрольного опыта проводят не реже одного раза в смену (предпочтительно через 10—15 анализов). Если в процессе анализа используются различные партии керамических контейнеров или графитовых тиглей, то определение поправки контрольного опыта проводят перед началом использования каждой такой партии.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Анализ образцов включает обязательные операции: установку тигля или керамического контейнера в печь, дегазацию тигля нагрев тигля до заданной температуры и выдержку при этой температуре в течение времени, обеспечивающего полноту экстракции анализируемого газа (газов).

4.2. Рекомендуемые составы холостых ванн и температуры проведения анализов для различных классов сталей и сплавов при определении массовых долей газов приведены в табл. 1.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Массовую долю газа (C) в процентах вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_г - m_к}{10 \cdot m},$$

где $m_г$ — масса газа, определенная прибором, мкг;

$m_к$ — поправка контрольного опыта, мкг;

m — масса образца, г.

Допускается расчет результатов измерения массовой доли газа проводить по формулам, приведенным в НТД на приборы.

5.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерения массовых долей газов и кислорода приведены в табл. 2 и 3.

5.3. Если расхождение результатов двух параллельных измерений превышает значения d_2, то выполняют третье измерение. Если расхождение крайних результатов трех измерений не превышает допускаемое значение d_3, приведенное в табл. 2 и 3, то результат анализа вычисляют как среднее арифметическое значение результатов трех параллельных измерений.

5.4. Если расхождение крайних результатов трех измерений превышает допускаемое значение d_3, а расхождение двух близких результатов измерений не превышает d_2, то вычисляют среднее арифметическое значение двух результатов измерений $\overline{C}$. Для $\overline{C}$ находят величину $3\sigma_к$ (табл. 2 и 3) и оценивают, попадает ли результат оставшегося измерения в интервал $\overline{C} \pm 3\sigma_к$, если не попадает, то признается промахом и за результат анализа принимается величина $\overline{C}$. Если попадает, то результат анализа признают неверным. Измерение или повторяют или прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших повышенное рассеивание результатов измерений.

По согласованию сторон при отсутствии дополнительных образцов для повторения анализа допускается результат анализа выдавать в виде результатов трех определений.

Таблица 1

Рекомендуемые условия проведения анализа газов в сталях и сплавах

Класс стали (сплава)	Определяемый газ	Рекомендуемые состав холостой ванны и отношение массы образца к массе холостой ванны	Рекомендуемая температура проведения анализа, °С
Стали низкоуглеродистые (кипящие и полуспокойные)	Кислород	Не требуется	Не менее 1800
	Азот		Не менее 1800
	Водород		Не менее 1600
Стали низко-, средне-, и высокоуглеродистые (спокойные, низколегированные; сплавы на железной, железо-никелевой, никелевой и кобальтовой основе, не содержащие Al, Ti, Zr, Cr, Nb и др элементов, образующих прочные оксиды и нитриды или возгоны, обладающие высокой сорбционной активностью по отношению к определяемым газам	Кислород	Не требуется	Не менее 1850
	Азот		Не менее 1850
	Водород		Не менее 1600
Стали среднелегированные, высоколегированные; сплавы на железной, железо-никелевой, марганцевой и кобальтовой основах, содержащие Al Ti, Zr, Cr, Nb и др. элементы, образующие прочные оксиды и нитриды и возгоны, обладающие высокой сорбционной активностью по отношению к определяемым газам	Кислород	Никель+ (4—10%) олова; не более 1 : 1 (для сплавов — не менее 1 : 5)	Не менее 1900
	Азот	Никель; не более 1 : 1 (для сплавов — не менее 1 : 5)*	Не менее 1900
	Водород	Олово; 1 : 3	Не менее 1850
Стали высоколегированные, содержащие Mo, W и др. тугоплавкие элементы	Кислород	Никель+ (4—10%) олова; не менее 1 : 2**	Не менее 2000
	Азот	Никель; не менее 1 : 2	Не менее 2000
	Водород	Олово; 1 : 3	Не менее 1900

* Допускается применение и других составов холостых ванн, обеспечивающих полноту экстракции анализируемого газа. При анализе материалов, не указанных в таблице, температуру и другие условия анализа выбирают оптимальными для этих материалов.

** Допускается присадка в тигель мелкодисперсного графита в количестве, не превышающем массы анализируемого образца.

Таблица 2

Массовая доля газов, %	Погрешность результатов анализа, Δ, %		Допускаемые расхождения двух параллельных определений d_2, %		Допускаемые расхождения трех параллельных определений d_3, %		Допускаемые расхождения двух результатов анализа $d_к$, %		Допускаемые расхождения результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения σ, %		Утроенное среднее квадратическое отклонение $3\sigma_к$, %	
	кислород	азот	кислород	азот	кислород	азот	кислород	азот	кислород	азот	кислород	азот
0,0005—0,001	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0010	0,0010	0,0010	0,0010	0,0005	0,0005	0,0011	0,0011
0,001—0,002	0,0009	0,0009	0,0009	0,0009	0,0012	0,0012	0,0012	0,0012	0,0006	0,0006	0,0012	0,0012
0,002—0,005	0,0010	0,0016	0,0011	0,0017	0,0013	0,0020	0,0013	0,0020	0,0007	0,0010	0,0014	0,0022
0,005—0,01	0,0018	0,0024	0,0018	0,0025	0,0023	0,0030	0,0023	0,0030	0,0012	0,0026	0,0025	0,0030
0,01—0,02	0,004	0,004	0,004	0,004	0,005	0,005	0,005	0,005	0,002	0,002	0,005	0,005
0,02—0,05	0,007	0,006	0,007	0,006	0,008	0,007	0,008	0,007	0,004	0,004	0,010	0,008
0,05—0,1	0,009	0,008	0,010	0,008	0,012	0,010	0,012	0,010	0,006	0,005	0,013	0,011
0,1—0,2	0,03	0,02	0,03	0,02	0,04	0,03	0,04	0,03	0,02	0,02	0,04	0,03
0,20—0,5	—	0,05	—	0,05	—	0,06	—	0,06	—	0,03	—	0,07
0,5—0,8	—	0,08	—	0,08	—	0,10	—	0,010	—	0,05	—	0,011

Таблица 3

Массовая доля водорода, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения двух параллельных определений d_2, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений d_3, %	Допускаемые расхождения двух результатов анализа $d_к$, %	Допускаемые расхождения результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения, π, %	Утроенное среднее квадратическое отклонение $3\sigma_к$, %
0,00005—0,0001	0,00008	0,00008	0,00010	0,00010	0,00005	0,00011
0,0001—0,0003	0,00009	0,00010	0,00012	0,00012	0,00006	0,00013
0,0003—0,0006	0,00014	0,00015	0,00018	0,00018	0,00009	0,00020
0,0006—0,001	0,00024	0,00025	0,0003	0,0003	0,00016	0,0003
0,001—0,002	0,0005	0,0005	0,0006	0,0006	0,0003	0,0007
0,002—0,004	0,0007	0,0007	0,0008	0,0008	0,0004	0,0009
0,004—0,010	0,0010	0,0010	0,0013	0,0012	0,0006	0,0014

6. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики

6.1.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики для верхнего и нижнего пределов диапазона измерений осуществляют не реже одного раза в смену с помощью стандартных образцов или градуировочных газов.

Допускается выполнять контроль стабильности градуировочной характеристики только для верхней границы или середины диапазона измерений.

6.1.2. Если расхождение значений двух параллельных измерений массовой доли газа в стандартных образцах не превышает d_2, то вычисляют среднее арифметическое значение $\overline{C}$ результатов измерений и разность $\Delta C = |C_{ст} - \overline{C}|$, где $C_{ст}$ — аттестованное значение массовой доли газа в стандартном образце.

Если расхождение параллельных измерений превышает d_2, то измерение повторяют в соответствии с п. 5.3.

Стабильность градуировочной характеристики считается удовлетворительной, если ΔC не превышает допускаемого значения $0{,}6\ d_н$ (см. табл. 2 и 3).

Если ΔC превышает $0{,}6\ d_н$, то проводят градуировку прибора в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6.2. Контроль правильности результатов анализа

6.2.1. Не реже одного раза в смену перед проведением анализов осуществляют контроль правильности результатов путем анализа стандартного образца с аттестованной массовой долей газа, ближайшей к интервалу массовых долей газа в анализируемой серии образцов и сходной с ними по типу материала.

Допускается совмещать контроль правильности измерений с контролем стабильности градуировочной характеристики.

6.2.2. Если расхождение значений двух параллельных определений массовой доли газа в стандартных образцах не превышает d_2, вычисляют среднее арифметическое значение $\overline{C}$ и разность $\Delta C = |C_{ст} - \overline{C}|$.

Если расхождение параллельных определений превышает d_2, то определение повторяют в соответствии с п. 5.3.

Правильность измерений считается удовлетворительной, если ΔC не превышает δ (см. табл. 2 и 3).

Если ΔC превышает δ, то проводят градуировку прибора согласно инструкции по эксплуатации и измерение повторяют. Если в этом случае ΔC превышает δ, то измерение прекращают до выяснения причин, вызывающих повышенное отклонение.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Перечень приборов для измерения массовой доли газов

Таблица 4

Наименование прибора	Анализируемый газ	Предприятие (фирма) производитель
АК 7516 RO 16, 17, 116, 316, 416 EAO 220, 202 D-mat 353, OSA-mat 353	Кислород	НПО «Черметавтоматика» «Леко» США «Бельцерс» Лихтенштейн «Шторляйн» ФРГ
ТС-136, 436, 30, 36 ON-mat 822, 812, 821, 850	Кислород, азот	«Леко» США «Штроляйн» ФРГ
АМ-7514 TN-14, 15, TN-114 TN-314, TN-414 N-mat 453, NSA-mat 453 EAN 202, 220, 221	Азот	НПО «Черметавтоматика» «Леко» США «Штроляйн» ФРГ «Бельцерс» Лихтенштейн
RH-1, 2, 3, 402, 404 EAH 202, 220 H-mat 261, 2000, 2002, 2003	Водород	«Леко» США «Бельцерс» Лихтенштейн «Штроляйн» ФРГ

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. П. Замараев, В. В. Покидышев, А. А. Иванов, В. М. Скосырев, В. Т. Абабков, А. А. Сахарнов, Л. Н. Дмитрова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.04.90 № 1048

3. ВЗАМЕН ГОСТ 17745—72

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 849—70	2.6
ГОСТ 860—75	2.6
ГОСТ 1012—72	2.6
ГОСТ 3022—80	2.6
ГОСТ 7565—81	1.2
ГОСТ 9293—74	2.6
ГОСТ 10157—79	2.6
ГОСТ 11680—76	2.6
ГОСТ 16539—79	2.6
ГОСТ 18300—87	2.6
ГОСТ 20288—74	2.6
ГОСТ 28437—90	1.1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *В. И. Кануркина*

Сдано в наб. 31.07.90 Подп. в печ. 31.07.90 0,75 усл. печ. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,64 уч.-изд. л. Тир. 11000 Цена 15 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2000

gost.e-ecolog.ru