ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

АЛЮМИНИЙ И СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДОРОДА В ТВЕРДОМ МЕТАЛЛЕ

ГОСТ 21132.1—81

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.71:546.11.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

АЛЮМИНИЙ И СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ

Методы определения водорода в твердом металле

Aluminium and aluminium alloys.
Methods for the determination
of hydrogen in solid metal

ГОСТ 21132.1—81

Взамен ГОСТ 21132.1—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 июня 1981 г. № 2938 срок действия установлен

с 01.01.1983 г.
до 01.01.1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод вакуум-нагрева с анализатором по давлению и метод вакуум-нагрева с масс-спектрометрическим анализатором в динамическом режиме (при содержании водорода от 0,07 до 1,0 $см^3$ на 100 г металла) определения содержания водорода в твердом металле алюминия и алюминиевых сплавов.

1. МЕТОД ВАКУУМ-НАГРЕВА С АНАЛИЗАТОРОМ ПО ДАВЛЕНИЮ В РЕЖИМЕ НАКОПЛЕНИЯ

1.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции водорода из анализируемого металла, нагретого ниже температуры плавления обычно от 500 до 600°С в вакууме при остаточном давлении $(6{,}65—9{,}31) \cdot 10^{-5}$ Па.

Выделяющиеся газы собирают в калиброванный объем, где по изменению давления определяют их количество. Водород из газовой смеси удаляют диффузионным путем через нагретый палладиевый фильтр и по разности давлений определяют количество водорода в экстрагированной газовой смеси.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1981

1.2. Общие требования

1.2.1. Массовую долю водорода в анализируемых металлах определяют параллельно на двух образцах, взвешенных с погрешностью не более 0,01 г. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений.

Одновременно с анализом в тех же условиях проводят контрольный опыт для внесения в результаты анализа соответствующей поправки.

1.2.2. Для проверки правильности анализа используют стандартные образцы.

В качестве стандартных образцов используют стандартные образцы титана с 89—71 до 92—71 по Госреестру.

Допускается использование отраслевых стандартных образцов и стандартных образцов предприятий, аттестованных по ГОСТ 8.315—78.

Если разность между результатом определения водорода и массовой долей водорода в стандартном образце превышает $^2/_3$ абсолютного допускаемого расхождения, то проверяют правильность работы установки и хода анализа, а затем анализ повторяют.

1.3. Отбор проб

1.3.1. Отбор пробы для анализа проводят по соответствующей нормативно-технической документации на заготовки и полуфабрикаты из алюминия и алюминиевых сплавов. 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.

1.3.2. Из пробы вырезают заготовку для образца шириной и толщиной 10 мм, длиной от 70 до 100 мм. Из полученной заготовки вытачивают два образца диаметром 8 мм, длиной 20 мм следующим образом:

заготовку зажимают в патрон токарного станка и обтачивают торцовую поверхность;

протачивают заготовку по длине до диаметра 8,5 мм;

проводят чистовую обточку торца и поверхности образца механической подачей суппорта. Частота вращения шпинделя от 1200 до 1500 об/мин, скорость механической подачи суппорта от 0,04 до 0,10 мм на один оборот шпинделя, глубина резания от 0,1 до 0,2 мм. Режущую кромку резца предварительно полируют алмазной пастой. Углы заточки резца подбирают экспериментально в зависимости от марки металла. Повторную заточку резца проводят после изготовления 15—20 образцов. Обточку проводят без охлаждающей эмульсии. Параметр шероховатости

образцов *Ra* должен быть не более 1 мкм на базовой длине 0,8 мм по ГОСТ 2789—73.

Допускается предварительная проточка до диаметра 10 мм с последующей чистовой обработкой по этапам:

обточка 2 раза по 0,5 мм;
» 2 » » 0,4 мм;
» 2 » » 0,1 мм;

отрезают образцы длиной 20 мм каждый. При этом не допускается поддерживать их пинцетом во избежание изменения шероховатости поверхности. Необходимо, чтобы каждый образец падал в стеклянную бюксу, которая должна быть расположена под заготовкой;

каждый образец зажимают в патрон в полиэтиленовой цанге и обтачивают второй торец. В качестве материала цанги допускается использовать тефлон или тарнамид.

1.3.3. Допускается использовать химическую глянцевую обработку образца, прошедшего механическую обработку (п. 1.3.2):

травление в смеси 90 объемных частей ортофосфорной кислоты (d=1,750 г/см^3) по ГОСТ 6552—80 и 10 объемных частей азотной кислоты (d=1,40 г/см^3) по ГОСТ 4461—77 при температуре около 90°С в течение 5 мин.

1.3.4. Образцы взвешивают. Сразу же после взвешивания образцы необходимо загрузить в установку. Готовые образцы не допускается оставлять на воздухе более 3 ч.

1.4. Аппаратура, реактивы и материалы

Установка для определения содержания водорода (черт. 1), имеющая пульт управления, состоит из основных узлов и элементов:

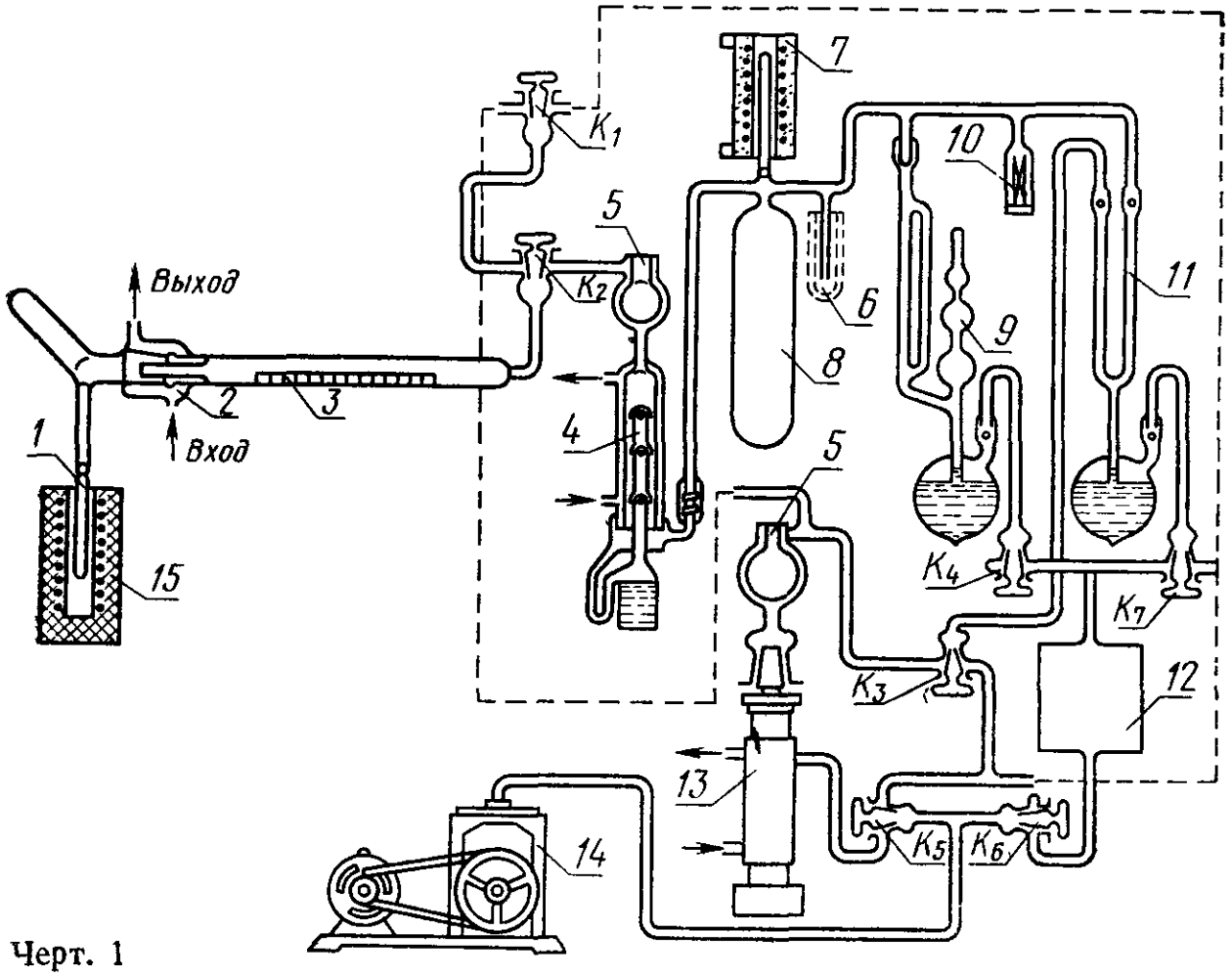
электропечь сопротивления *15*, обеспечивающая температуру нагрева от 300 до 900°С, снабженная хромельалюмелевым термоэлектрическим термометром по ГОСТ 1790—77 и потенциометром типа КСП-4 для измерения и регистрации температуры;

вакуумная система, с помощью которой в установке создают разрежение $(6{,}65—9{,}31)\cdot10^{-5}$ Па; в нее входит форвакуумный насос *14* типа ВН-461М, парортутный диффузионный насос *13* типа Н50Р, стеклянный парортутный насос *4* и стеклянные трубопроводы;

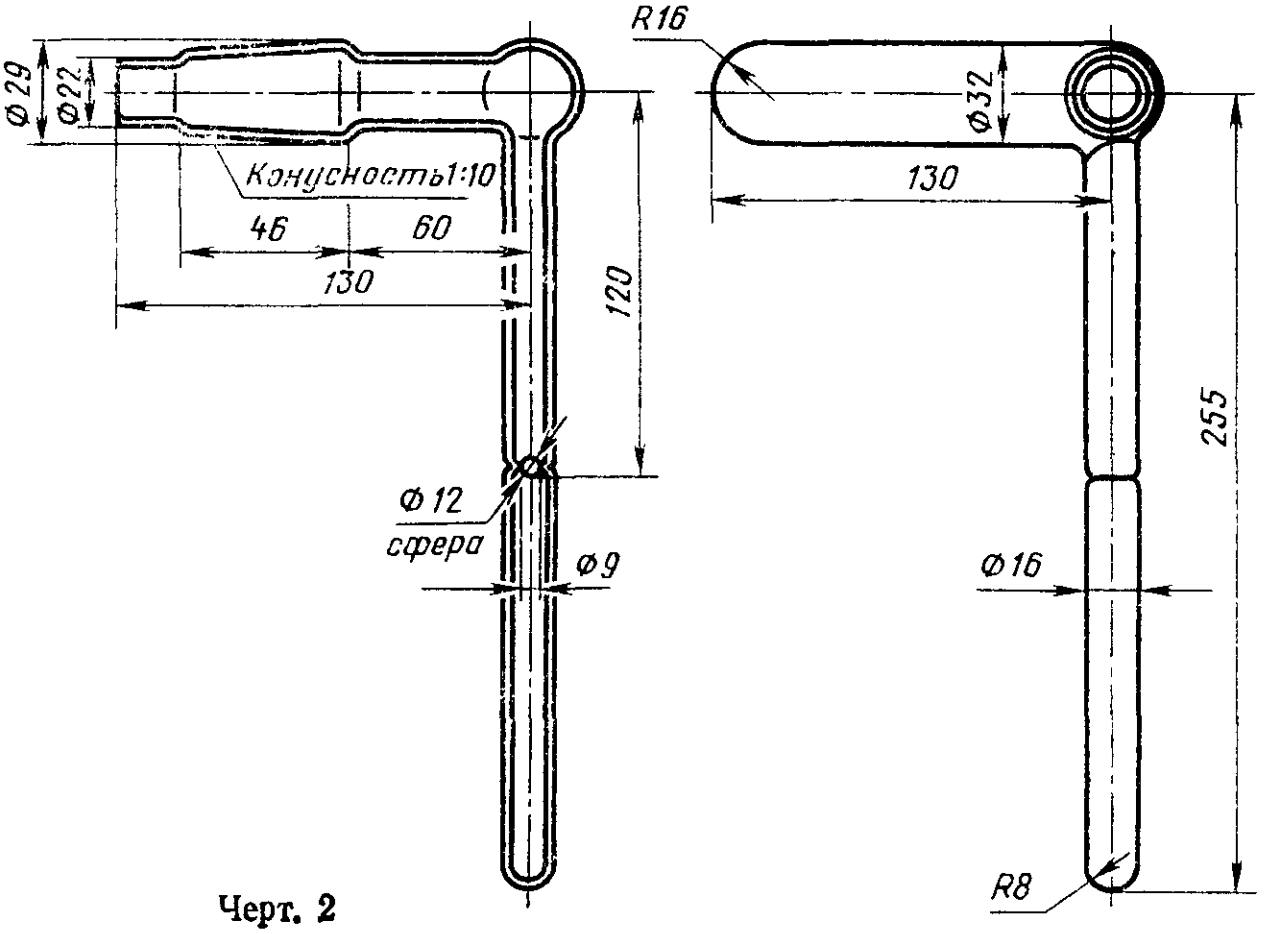
стеклянный экстракционный узел, состоящий из сменной кварцевой экстракционной трубки *1* (черт. 2), соединенной с помощью водоохлаждаемого шлифа *2* с загрузочной трубкой *3*;

аналитическая система, состоящая из калиброванной емкости, ограниченной с одной стороны условной средней линией стеклянного парортутного насоса *4*, с другой — ртутным затвором *11*.

Экстрагированный из образца газ перекачивается в калиброванную емкость, включающую баллон *8*, стеклянным парортутным насосом *4*;


Выход
Вход
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
K1
K2
K3
K4
K5
K6
K7

Черт. 1


Ø29
Ø22
Конусность 1:10
46
60
130
120
Ø12
сфера
Ø9
R16
Ø32
130
255
Ø16
R8

Черт. 2

палладиевого фильтра (трубка наружным диаметром 2,5 мм, длиной 100 мм, толщиной стенки 0,1 мм) с печью нагрева *7*, служащего для удаления водорода из экстрагированной смеси, находящейся в аналитической системе, при его нагреве от 600 до 700°С;

компрессионного манометра Мак-Леода *9* с диапазоном измерения от $1{,}33 \cdot 10^{-2}$ до 79,8 Па для измерения давления собранных в аналитической системе газов;

кранов K_4 и K_7, с помощью которых осуществляют подъем и опускание ртути в манометре Мак-Леода *9* и затвора *11* при соединении их попеременно с атмосферой или форвакуумным баллоном *12*;

ловушка *5* и капиллярная ловушка *6*, охлаждаемые жидким азотом, служат для вымораживания паров воды в установке;

манометрическая лампа *10* типа ПМТ-2 для контроля вакуума.

Допускается использование другой аналитической аппаратуры, обеспечивающей получение метрологических параметров, предусмотренных настоящим стандартом.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—73.

Бензин по ГОСТ 1012—72.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67, 99%-ный, раствор.

Масло вакуумное по ГОСТ 23013—78.

Резина вакуумная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Азот жидкий по ГОСТ 9293—74.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—75.

Батист.

1.5. Проведение анализа

1.5.1. Проверяют вакуумные краны, которые должны свободно, без усилий, вращаться. На всех кранах необходимо не реже двух раз в месяц заменять вакуумную смазку, которую наносят тонким слоем. Смазка не должна попадать в вакуумные коммуникации.

1.5.2. Загружают анализируемые образцы в загрузочную трубку *3* и притирают стеклянный колпачок. В одну серию загружают не более семи образцов.

1.5.3. Наносят вакуумную смазку на шлиф экстракционной трубки *1* и притирают ее к водоохлаждаемому шлифу *2*. Не допускается попадание смазки на внутреннюю поверхность кварцевой трубки.

1.5.4. Для создания форвакуума во всей установке необходимо:

закрыть все краны;

включить форвакуумный насос *14*;

кран K_5 соединить с форвакуумным баллоном *12* и откачать воздух в течение 15—20 мин; закрыть кран K_5, а краны K_1, K_2 и K_6 соединить с высоковакуумной магистралью откачки через пароргутный диффузионный насос *13*.

При таком положении кранов воздух откачивают из экстракционной трубки *1* и паортутного диффузионного насоса *13* до создания вакуума не менее 1,33 Па. Вакуум контролируют лампой *10*;

закрыть все краны, кран K_6 соединить с магистралью крана K_3 и осторожно открыть кран K_3, соединив аналитическую систему с форвакуумным насосом. При этом ртуть в манометре Мак-Леода *9* и ртутном затворе будет подниматься. Ртуть необходимо опустить, соединив краны K_4 и K_7 с форвакуумным баллоном *12*. Откачку проводят до создания вакуума не менее 1,33 Па.

1.5.5. Для создания во всей системе высокого вакуума необходимо:

включить водяное охлаждение паортутных диффузионных насосов и шлифа *2;*

включить нагрев паортутных диффузионных насосов *4* и *13*;

краны K_1, K_2 и K_3 соединить с паортутным диффузионным насосом *13* и через 10 мин включить насос, в ловушку *5* залить жидкий азот. Откачку проводят до создания в системе вакуума не менее $1{,}33 \cdot 10^{-4}$ Па. Степень разрежения контролируют манометрической лампой *10* и манометром Мак-Леода *9*.

1.5.6. Проводят дегазацию экстракционной трубки *1*. Для этого надвигают электропечь сопротивления на трубку и включают ее. Температура дегазации (900±20)°С, продолжительность 1 ч.

1.5.7. Определяют поправку контрольного опыта, которая не должна превышать $5 \cdot 10^{-4}$ см^3/ч. Для этого снижают температуру печи до рабочей и замеряют натекание в аналитическую систему. Температуру проведения анализа устанавливают на 30—40°С ниже температуры плавления анализируемого металла.

Заливают жидкий азот в капиллярную ловушку *6*, кран K_2 соединяют с аналитической системой через паортутный диффузионный насос *4*, поднимают ртуть в затворе *11*. Спустя 20 мин (продолжительность замера поправки контрольного опыта) замеряют давление в аналитической системе.

После диффузии водорода через палладиевый фильтр замеряют остаточное давление и по разнице давлений до и после диффузии определяют количество водорода в поправке контрольного опыта.

1.5.8. После определения поправки контрольного опыта ртуть в затворе *11* опускают и в аналитической системе с экстракционной трубкой создается высокий вакуум.

1.5.9. Для проведения анализа образца поднимают ртуть в затворе *11*, сбрасывают анализируемый образец в экстракционную трубку *1* стальным толкателем при помощи магнита. Через 1 ч измеряют давление в аналитической системе манометра Мак-Леода *9* и продолжают измерения через каждые 10 мин. Экстракцию

считают законченной, если три последующих замера давления совпадают или изменяются на величину поправки контрольного опыта. Экстракция водорода из образца принятых размеров продолжается от 1 до 2 ч. Величину давления $P_к$ последнего замера записывают в рабочий журнал.

Соединяют кран K_2 с магистралью откачки пароргутного диффузионного насоса *13* и включают печь нагрева палладиевого фильтра *7*. Водород диффундирует через стенки палладиевой трубки и давление в аналитической системе понижается. Одновременно удаляют образец из зоны нагрева экстракционной трубки.

1.5.10. По окончании удаления водорода из газовой смеси (при совпадении трех замеров давления, проведенных через каждые 10 мин) замеряют остаточное давление $P_{ост}$, выключают печь нагрева палладиевого фильтра *7*. Кран K_2 соединяют с аналитической системой, опускают ртуть в затворе *11* и создают в аналитической системе высокий вакуум.

1.5.11. Анализ остальных образцов серии проводят как указано в пп. 1.5.9; 1.5.10.

Перед анализом каждого образца обязательно определяют поправку контрольного опыта, как указано в п. 1.5.7. Во время анализа в ловушках *5* и *6* поддерживают постоянный уровень жидкого азота, изменение которого не должно превышать 15 мм.

1.5.12. Для анализа алюминиевых сплавов, содержащих компоненты с высокой упругостью пара, в экстракционную трубку *1* сбрасывают первый образец из серии, помещают с помощью магнита кварцевый шарик и проводят дегазацию образца в течение 1—1,5 ч при температуре анализа. По окончании дегазации образец удаляют из зоны нагрева в отросток экстракционной трубки поворотом ее в шлифе *2*. Затем определяют поправку контрольного опыта по п. 1.5.7 и проводят анализ следующих образцов, как указано в пп. 1.5.9; 1.5.10.

Примечание. Проведение дегазации обусловлено необходимостью удаления адсорбированной на стенках экстракционной трубки влаги, при взаимодействии которой с возгонами образуется водород, искажающий результаты анализа. Для предотвращения распространения возгонов по всей поверхности трубки служит кварцевый шарик (черт. 2).

1.5.13. Для проведения анализа следующей серии образцов проводят следующие операции.

1.5.13.1. Выключают электропечь сопротивления *15* и через 20 мин закрывают краны K_1, K_2 (см. черт. 1).

Выключают стеклянный пароргутный насос *4* и испаряют жидкий азот сжатым воздухом из ловушки *5*. Вакуум в аналитической системе понижается за счет испарения влаги, сконденсированной на ловушке. Откачивают аналитическую систему через

паоротутный диффузионный насос *13* до создания высокого вакуума, после чего закрывают кран K_3.

Выключают паоротутный диффузионный насос *13* и спустя 10 мин испаряют жидкий азот из ловушки *5*. Через 15 мин закрывают кран K_6. Спустя 30 мин после выключения паоротутного диффузионного насоса отключают воду.

1.5.13.2. Выключают форвакуумный насос *14* и впускают в насос воздух через кран K_5, соединив его с атмосферой.

1.5.13.3. В низковакуумную магистраль через кран K_6 впускают воздух атмосферы.

Кранами K_1 и K_2 соединяют экстракционную трубку *1* с низковакуумной магистралью и отсоединяют ее от водоохлаждаемого шлифа *2*.

Снимают колпачок с трубки *3* и загружают новую партию образцов.

1.5.14. При выключении установки, когда серия загруженных образцов проанализирована не полностью, проводят операции, указанные в пп. 1.5.13.1; 1.5.13.2.

1.5.15. Воздух в аналитическую систему и паоротутный диффузионный насос *13* впускают только при общем профилактическом ремонте установки и устранении неисправностей.

1.5.16. При проведении каждой серии анализов для удаления возгонов, оставшихся на стенках экстракционной трубки, ее заполняют водой и выдерживают 10—15 мин. Затем трубку заполняют 10%-ным раствором соляной кислоты и выдерживают до полного удаления возгонов, после чего промывают дистиллированной водой. Промытую трубку прокаливают в электропечи сопротивления при температуре (900±20)°С в течение 1 ч.

1.6. Обработка результатов

1.6.1. Содержание водорода в анализируемом образце (X_{H_2}), отнесенное к 100 г металла, см³, вычисляют по формуле

$$X_{H_2} = X_{H_2 общ} - X_{H_2 пов}, \qquad (1)$$

где $X_{H_2 общ}$ — суммарное содержание водорода, выделившегося при анализе образца, см³ на 100 г металла;

$X_{H_2 пов}$ — содержание «поверхностного» водорода, соответствующая образцу данного металла данных размеров, см³ на 100 г металла.

Суммарное содержание водорода ($X_{H_2 общ}$) вычисляют по формуле

$$X_{H_2 общ} = \frac{V \cdot \alpha \cdot \left[P_1 - P_4 \left(\frac{T}{20} \right) \right]}{1013 \cdot m}, \qquad (2)$$

где P_1 — давление водорода при анализе, Па;

$$P_1 = P_2 - P_3,$$

P_2 и P_3 — общее и остаточное давление при анализе, Па;

P_4 — давление водорода при проведении контрольного опыта, Па;

$$P_4 = P_5 - P_6,$$

P_5 и P_6 — общее и остаточное давление при проведении контрольного опыта, Па;

V — объем аналитической системы, см^3;

$\alpha = \frac{273}{t+273}$ — температурный коэффициент;

t — температура в помещении, °С;

T — время анализа, мин;

m — масса образца, г;

1013 — коэффициент, Па.

1.6.2. Для определения «поверхностного» водорода, образующегося при взаимодействии адсорбированной на поверхности образца воды с металлом при температуре анализа, пруток из алюминия или алюминиевого сплава диаметром 10—12 мм помещают в кварцевую трубку и дегазируют при температуре анализа 10—15 ч в вакууме до полного удаления растворенного в металле водорода.

Из прутка вытачивают образцы и анализируют на содержание водорода, как указано в пп. 1.6.7—1.6.10.

Содержание «поверхностного» водорода ($X_{\text{Н}_2\text{пов}}$), приходящееся на единицу поверхности см^3/см^2, вычисляют по формуле

$$X'_{\text{Н}_2\text{пов}} = \frac{V \cdot \alpha \cdot [P_2 - P_3]}{101{,}08 \cdot 10^3 \cdot S}, \qquad (3)$$

где S — площадь поверхностного образца, см^2.

Содержание «поверхностного» водорода ($X_{\text{Н}_2\text{пов}}$), отнесенное к 100 г металла, соответствующее образцу данных размеров, см^3, вычисляют по формуле

$$X_{\text{Н}_2\text{пов}} = \frac{X'_{\text{Н}_2\text{пов}} \cdot S}{m} \cdot 100. \qquad (4)$$

Среднее значение содержания «поверхностного» водорода для каждой марки металла и образца принятых размеров определяют из анализа 15—20 образцов, проведенных параллельно.

1.6.3. Допускаемые расхождения результатов двух независимых параллельных определений при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать величин, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

$см^3$ на 100 г металла

Содержание водорода	Допускаемые расхождения
От 0,07 до 0,15	0,03
Св. 0,15 » 0,3	0,05
» 0,3 » 0,5	0,08
» 0,5 » 1,0	0,10

2. МЕТОД ВАКУУМ-НАГРЕВА С МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ АНАЛИЗАТОРОМ В ДИНАМИЧЕСКОМ РЕЖИМЕ

2.1. Сущность метода

Анализируемый образец нагревают в высоком вакууме до температуры, ниже температуры плавления (обычно от 500 до 600°С), при этом из образца выделяется водород, давление которого регистрируется датчиком масс-спектрометра.

2.2. Общие требования

Общие положения — п. 1.2.

2.3. Отбор проб

Порядок отбора проб и подготовка образцов для анализа — см. п. 1.3.

2.4. Аппаратура, реактивы и материалы

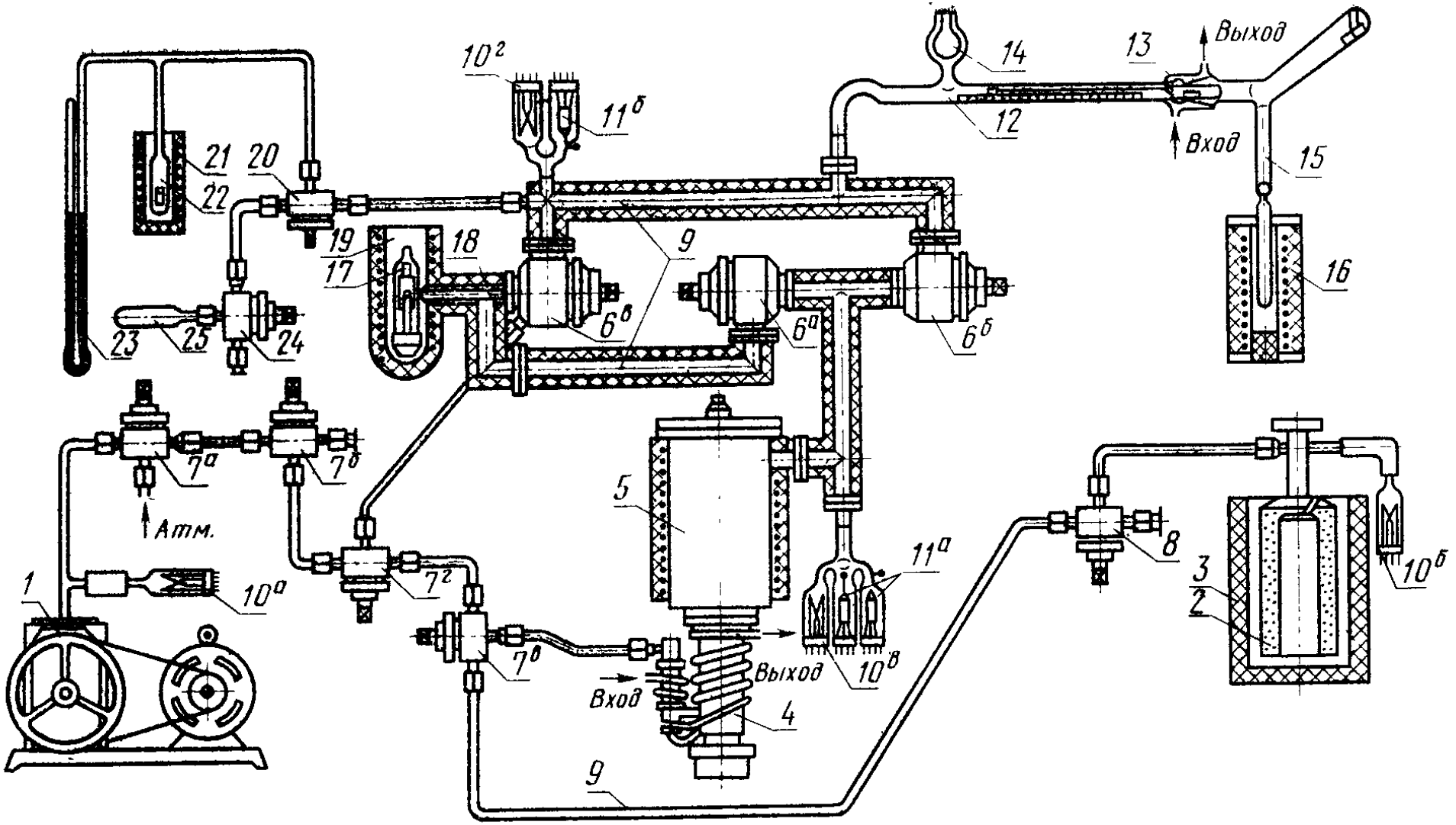
Установка для определения содержания водорода (черт. 3), имеющая пульт управления, состоит из основных узлов и элементов:

электропечь сопротивления *16*, обеспечивающая температуру нагрева от 300 до 900 °С, снабженная хромельалюмелевым термоэлектрическим термометром по ГОСТ 1790—77 и потенциометром для измерения и регистрации температуры;

вакуумная система, с помощью которой в установке создают разрежение $(4{,}0—1{,}33) \cdot 10^{-5}$ Па; в нее входят форвакуумный насос *1* типа ВН-461 М, цеолитовый насос *2* с сосудом Дьюара *3*, паромутный диффузионный насос *4* типа Н50Р, металлические вакуумные краны *6, 7, 8* и металлические трубопроводы *9*, изготовленные из коррозионно-стойкой стали, прогреваемые до температуры 450°С;

стеклянный экстракционный узел, состоящий из сменной кварцевой экстракционной трубки *15* (см. черт. 2), соединенной с помощью водоохлаждаемого шлифа *13* с загрузочной трубкой *12*;

аналитическая система, состоящая из датчика масс-спектрометра *17* типа РМО-4С, электрической печи сопротивления *19* для прогрева датчика до температуры 300—350°С. Экстрагированный из образца газ непрерывно прокачивается через датчик масс-спектрометра *17* паромутным диффузионным насосом *4;*



Черт. 3

система для определения коэффициента чувствительности датчика масс-спектрометра, состоящая из металлического вакуумного крана *20*, кварцевой ампулы с гидридом титана *21*, электропечи сопротивления *22*, U-образного ртутного манометра *23*, металлического вакуумного крана-натекателя *24* и стеклянной калиброванной емкости *25*;

металлической *5* и стеклянной *14* ловушек, охлаждаемых жидким азотом; служат для вымораживания паров воды в установке;

манометрических ламп *10* типа ПМТ-2 и *11* типа ПМИ-2.

Малогабаритный масс-спектрометр по ГОСТ 12862—73 со стеклянным датчиком, диапазон рабочих давлений которых от $1{,}33 \cdot 10^{-3}$ до $1{,}33 \times 10^{-8}$ Па.

Допускается использование другой аналитической аппаратуры, обеспечивающей получение метрологических параметров, предусмотренных настоящим стандартом.

Материалы по п. 1.4.

2.5. Проведение анализа

2.5.1. Закрывают все вакуумные краны. Наносят вакуумную смазку на предварительно протертый бензином шлиф экстракционной трубки *15*.

2.5.2. Загружают анализируемые образцы в устройство *12* (см. п. 1.6.2). Вставляют шлиф экстракционной трубки в водоохлаждаемый шлиф *13* загрузочной трубки *12* и притирают его.

2.5.3. Открывают кран водоснабжения установки и подают охлаждение к пароргутному диффузионному насосу *4* и водоохлаждаемому шлифу *13*.

Включают пульт питания установки. Включают вакуумметр и переключателем подсоединяют к нему манометрическую лампу *10а*.

2.5.4. Получают форвакуум во всей установке от 2,66 до 3,99 Па, для чего:

включают форвакуумный насос *1*;

последовательно открывают краны *7б*, *7в*, *6а*, *6в*, кран-натекатель *24** и постепенно — кран *20**;

включают поочередно манометрические лампы 10*в* и 10*г*.

2.5.5. Получают в установке высокий вакуум от $1{,}33 \cdot 10^{-5}$ до $2{,}66 \cdot 10^{-5}$ Па, для чего:

закрывают кран-натекатель *24**, краны *20** и *6а*;

включают нагрев пароргутного диффузионного насоса *4*;

» манометрическую лампу 10*в*;

через 10 мин после включения пароргутного диффузионного насоса и достижения вакуума $1{,}33 \cdot 10^{-1}$ Па заливают жидкий азот в ловушку *5*;

* Операции выполняют при первичном запуске, ремонте установки, смене датчика масс-спектрометра и перед определением коэффициента чувствительности масс-спектрометра.

через 10 мин открывают краны *6а* и *6б*;

через 10 мин доливают ловушку и включают на прогрев манометрическую лампу *11а*;

через 15 мин включают манометрическую лампу *11а* на измерение и проводят замер вакуума;

включают прогрев печей сопротивления *16* и *19*, предварительно надев их на экстракционную трубку *15*, и датчик масс-спектрометра 17 при наличии в системе вакуума от $10{,}64 \cdot 10^{-4}$ до $1{,}33 \cdot 10^{-3}$ Па;

включают прогрев металлических магистралей *9* и ловушки *5*;

переключают манометрическую лампу *11а* на прогрев и прогревают в течение 0,5—1,5 ч, выдерживая температуру для экстракционной трубки от 850 до 900°С, для датчика масс-спектрометра — от 300 до 350°С, для металлических магистралей и ловушек — от 400 до 450°С;

по окончании заданного времени прогрева выключают все источники нагрева;

после охлаждения системы до 40—50°С доливают полностью ловушку *5* жидким азотом;

включают манометрическую лампу *11а* на измерение и убеждаются в наличии вакуума от $1{,}33 \cdot 10^{-5}$ до $2{,}66 \cdot 10^{-5}$ Па;

закрывают кран *6а*.

Допускается использование цеолитового насоса *2* взамен форвакуумного насоса *1*.

2.5.6. Проводят юстировку и установление рабочих режимов масс-спектрометра согласно описанию по его эксплуатации. Операцию проводят при первичном запуске установки, прогреве всей аналитической системы и смене датчика масс-спектрометра, в остальных случаях юстировку только проверяют.

2.5.7. При проведении анализа включают печь сопротивления *16*, предварительно установив температуру анализа на потенциометре;

нагревают экстракционную трубку *15* до температуры анализа (п. 2.1);

заливают жидкий азот в вымораживающую ловушку *14*;

устанавливают шкалу усилителя ионного тока на требуемую величину (п. 2.6.6);

включают «Катод», лентопротяжный механизм и записывают величину ионного тока;

магнитом удаляют из экстракционной трубки шарик, задерживающий возгоны, в приемник образцов;

сбрасывают анализируемый образец, быстро опускают шарик и записывают на диаграмму кинетическую кривую выделения водорода. Экстракцию считают законченной при достижении величины ионного тока водорода, равной исходной, или превышения ее не более чем на 0,3 В.

По окончании анализа:

выключают лентопротяжный механизм;

выключают «Катод»;

выключают и опускают печь сопротивления *16*;

охлаждают экстракционную трубку до 150—200°С;

удаляют образец в приемник путем поворота экстракционной трубки;

возвращают трубку в рабочее положение, опускают шарик;

поднимают печь сопротивления и включают ее. При нагреве экстракционной трубки до температуры анализа установка готова к анализу следующего образца. Первый образец серии при анализе алюминиевых сплавов используется для дегазации экстракционной трубки путем наведения возгонов (см. п. 1.5.12).

2.5.8. Для проведения анализа следующей серии образцов проводят следующие операции:

выключают и опускают печь сопротивления *16*;

выключают «Катод»;

закрывают краны *6б, 6в*;

открывают кран *6а*;

сжатым воздухом выдувают жидкий азот из ловушки *14* и осушают ее;

закрывают краны *6а, 7в*;

выключают форвакуумный насос *1*;

открывают краны *7а, 7г;*

отсоединяют экстракционную трубку *15* от водоохлаждаемого шлифа *13* и освобождают шлиф от смазки;

загружают образцы;

наносят смазку на шлиф экстракционной трубки *15*;

вставляют экстракционную трубку в водоохлаждаемый шлиф *13*;

закрывают кран *7а*;

включают форвакуумный насос *1* и создают вакуум от 2,66 до 3,99 Па;

закрывают кран *7г*;

открывают кран *7в*;

открывают кран *6а* и создают вакуум не менее $6{,}65 \cdot 10^{-4}$ Па;

надвигают и включают печь сопротивления *16* на экстракционную трубку *15* и дегазируют последнюю при температуре от 850 до 900°С в течение 30—40 мин;

снижают температуру до температуры экстракции и получают вакуум от $1{,}33 \cdot 10^{-5}$ до $2{,}66 \cdot 10^{-5}$ Па;

открывают краны *6б, 6в*;

закрывают кран *6а*;

заливают жидкий азот в ловушку *14*;

проверяют юстировку масс-спектрометра.

После выполнения этих операций установка готова к новому циклу анализа.

2.5.9. Выключение установки проводят следующим образом:

выключают «Катод»;

устанавливают шкалу усилителя ионного тока на 100 В;

выключают масс-спектрометр;

выключают печь сопротивления *16*, опускают ее и охлаждают экстракционную трубку *15*;

закрывают краны *6б*, *6в*;

открывают кран *6а*;

выдувают жидкий азот из ловушки *14* и осушают ее;

закрывают кран *6а*;

выключают паро-ртутный диффузионный насос и охлаждают его сжатым воздухом;

выдувают жидкий азот из металлической высоковакуумной ловушки *5* и осушают ее;

откачивают паро-ртутный диффузионный насос до разрежения от 2,66 до 3,99 Па;

закрывают краны *7в*, *7б*;

выключают форвакуумный насос *1*;

открывают кран *7а*;

прекращают подачу охлаждающей воды;

выключают пульт установки.

2.6. Обработка результатов

2.6.1. Содержание водорода в анализируемом образце (X_{H_2}), отнесенное к 100 г металла, см^3, вычисляют по формуле

$$X_{H_2} = X_{H_2 общ} - X_{H_2 пов}, \qquad (5)$$

где $X_{H_2 общ}$ — суммарное содержание водорода, выделившегося при анализе образца, см^3, на 100 г металла;

$X_{H_2 пов}$ — содержание «поверхностного» водорода, соответствующее образцу данного металла и данных размеров, см^3, на 100 г металла.

Суммарное содержание водорода ($X_{H_2 общ}$) вычисляют по формуле

$$X_{H_2 общ} = \frac{100 \cdot K_{пр} \cdot S_{общ}}{m}, \qquad (6)$$

где $K_{пр}$ — коэффициент чувствительности масс-спектрометра, определенный по п. 2.7.3, см^3/см^2;

$S_{общ}$ — площадь под кинетической кривой выделения водорода из анализируемого образца (черт. 4), см^2;

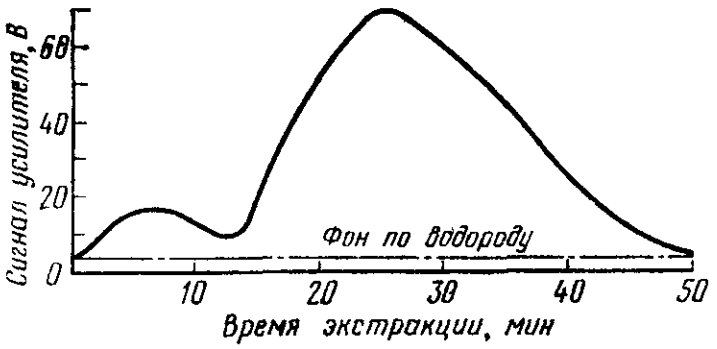
m — масса образца, г.

2.6.2. При определении содержания «поверхностного» водорода используют метод, указанный в п. 1.11.2.

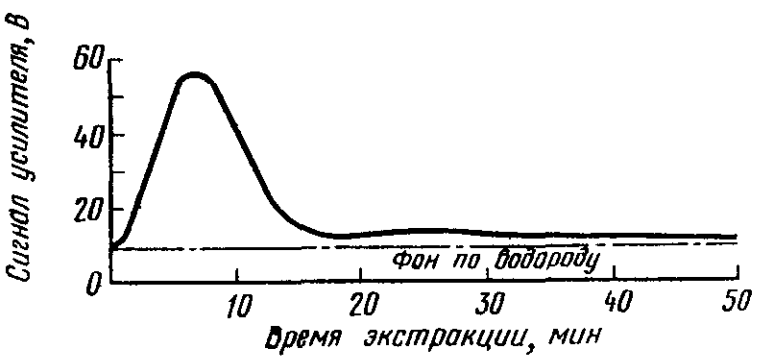
Содержание «поверхностного» водорода, см³ на 100 г металла, вычисляют по формуле

$$X_{H_2пов} = \frac{100 \cdot K_{пр} \cdot S_{пов}}{m}, \quad (7)$$

где $S_{пов}$ — площадь под кинетической кривой выделения «поверхностного» водорода с анализируемого образца (черт. 5), см².



Черт. 4



Черт. 5

2.6.3. *Определение коэффициента чувствительности масс-спектрометра*

Для определения коэффициента чувствительности ($K_{пр}$) масс-спектрометра используют способ перепускания чистого водорода из калиброванной емкости в аналитическую систему при помощи крана-натекателя, обеспечивающего молекулярный поток в диапазоне рабочих давлений от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-6}$ Па.

Выполняют следующие операции:

на работающей установке выключают «Катод»;

закрывают краны *6а, 6б, 6в*;

открывают кран *20* и кран-натекатель *24* полностью;

включают печь сопротивления *22* и нагревают ампулу *21* с гидридом титана до температуры от 600 до 650°С, следя за изменением уровня ртути в U-образном манометре *23*;

при достижении в системе давления водорода от 1590 до 1990 Па выключая печь сопротивления *22;*

по мере остывания печи сопротивления *22* уровень ртути в манометре будет постепенно опускаться за счет поглощения водорода гидридом титана;

при достижении давления водорода в системе от $3{,}99 \cdot 10^2$ до $7{,}98 \cdot 10^2$ Па точно замеряют это давление и быстро закрывают кран-натекатель *24*;

закрывают краны *20* и *7в*;

открывают кран *7г* и откачивают оставшийся водород из системы до вакуума 2,66 Па;

закрывают кран *7г*;

открывают краны *7в, 6а* и получают высокий вакуум от $1{,}33 \cdot 10^{-5}$ до $2{,}66 \cdot 10^{-5}$ Па;

открывают краны *6в, 6б* и закрывают кран *6а*;

включают «Катод» масс-спектрометра;

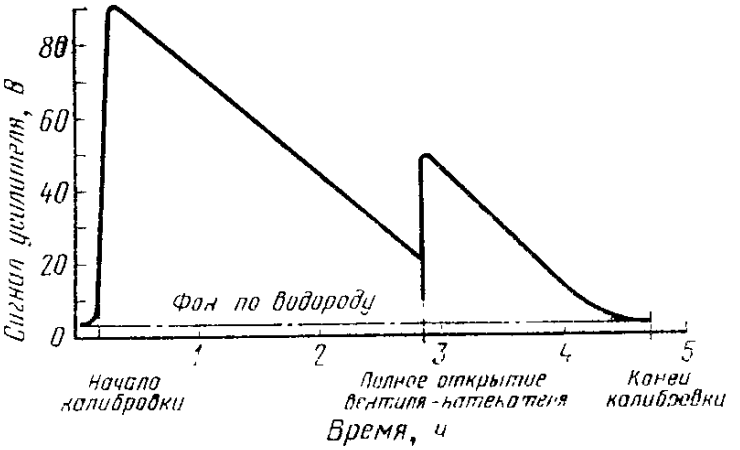
включают лентопротяжный механизм потенциометра и записывают фон водорода;

перепускают водород из калиброванной емкости *25* в аналитическую систему, для чего медленно открывают кран-натекатель *24*. Калибровку считают законченной, если при полностью открытом кране-натекателе *24* величина ионного тока водорода равна его величине до начала калибровки;

закрывают кран-натекатель *24;*

выключают лентопротяжный механизм потенциометра и «Катод» масс-спектрометра;

определяют площадь на ленте потенциометра, ограниченную линией фона и линией сигнала по водороду (черт. 6), планиметрированием или взвешиванием.



Черт. 6

Определение $K_{пр}$ проводят 3—4 раза.

Зная объем калиброванной емкости *25*, определенный предва-

рительно заполнением емкости ртутью, исходное давление водорода в ней и температуру, рассчитывают $K_{пр}$ по водороду, см³ на см² площади диаграммы.

$$K_{пр}=\frac{22{,}4\cdot P\cdot V\cdot \alpha}{R\cdot(273+t)\cdot S_{кал}}, \qquad (8)$$

где P — исходное давление водорода в калиброванной емкости, Па;

V — объем калиброванной емкости, см³;

t — температура в помещении, °С;

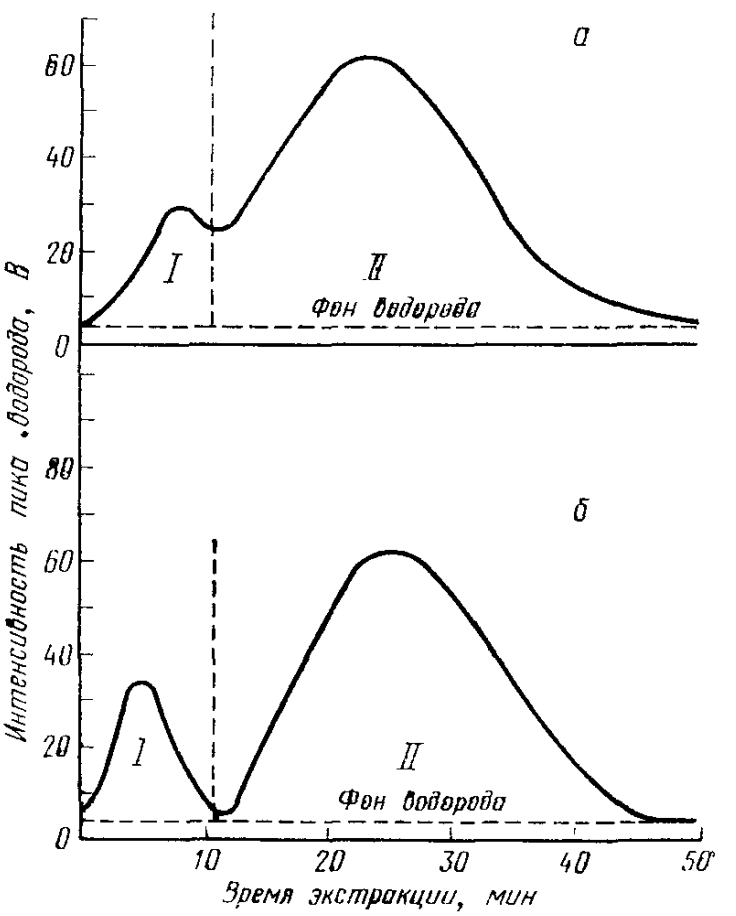
R — универсальная газовая постоянная, см³ · Па/моль-град;

$S_{кал}$ — площадь диаграммы под кинетической кривой, см²;

$\alpha=\frac{273}{t+273}$ — температурный коэффициент.

Коэффициент чувствительности устанавливают как среднее из 3—4 измерений.

2.6.4. Для определения содержания растворенного и «поверхностного» водорода при анализе каждого образца необходимо добиться надежного разделения (не менее 10%) пиков «поверхностного» (I) и растворенного (II) водорода на кинетической кривой выделения водорода из образца (черт 7*а*).



Черт. 7

Осуществляется это следующим образом:

анализируемый образец помещают в экстракционную трубку, предварительно нагретую до температуры на 80—120°С выше температуры плавления металла;

непосредственно после сброса образца снижают температуру со скоростью 85—90 град/мин до величины, на 30—50°С ниже температуры плавления металла, и выдерживают при ней до прекращения выделения водорода из образца.

При таком ступенчатом нагреве в ходе экстракции образец в начальный момент испытывает мощный термический удар за счет большого градиента температур на поверхности образца и внутри его, что повышает скорость реакции адсорбированной влаги с металлом и интенсифицирует кинетику удаления «поверхностного» водорода.

Резкое снижение температуры (85—90 град/мин) до рабочей температуры экстракции не изменяет кинетику диффузионного выделения растворенного водорода, что позволяет надежно разделять «поверхностный» водород (*I*) от растворенного (*II*)—черт. *7б*.

Величина площади под участком *II* кинетической кривой (черт. *7б*) позволяет непосредственно определить массовую долю растворенного водорода, а под участком *I*, при необходимости, определить массовую долю «поверхностного» водорода для каждого образца.

2.6.5. Допускаемые расхождения результатов двух независимых параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать величин, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

$см^3$ на 100 г металла

Содержание водорода	Допускаемые расхождения
От 0,07 до 0,15	0,02
Св. 0,15 » 0,3	0,03
» 0,3 » 0,5	0,06
» 0,5 » 1,0	0,10

2.6.6. В случаях разногласий в оценке качества алюминия и алюминиевых сплавов содержание водорода в твердом металле определяют методом вакуум-нагрева с масс-спектрометрическим анализатором в динамическом режиме.

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *М. Н. Гринвальд*

Сдано в наб. 05.07.81 Подп. в печ. 09.10.81 1,25 п. л. 1,26 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1847

Изменение № 1 ГОСТ 21132.1—81 Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы определения водорода в твердом металле

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.08.85 № 2726 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.2.2. Второй абзац изложить в новой редакции: «В качестве стандартных образцов используют государственные стандартные образцы (ГСО) алюминия и алюминиевых сплавов».

Пункт 1.4. Чертеж 1. Заменить обозначения кранов: K_5 на K_6, K_6 на K_5; заменить ссылку: ГОСТ 5556—75 на ГОСТ 5556—81.

Пункт 2.4. Заменить ссылку: ГОСТ 12862—73 на ГОСТ 12862—81.

(ИУС № 11 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21132.1—81 Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы определения водорода в твердом металле

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.06.87 № 1862

Дата введения 01.01.88

Пункт 1.2.2 изложить в новой редакции: «1.2.2. Контроль правильности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам состава алюминия и алюминиевых сплавов ГСО 3261—85, ГСО 3262—85, ГСО 3263—85.

Допускается применение вновь выпускаемых государственных стандартных образцов состава алюминия и алюминиевых сплавов с аттестованным содержанием водорода от 0,1 до 0,5 см³ на 100 г металла.

Содержание водорода в стандартном образце находят по двум параллельным определениям. Среднее арифметическое значение параллельных определений принимают за воспроизведенное содержание водорода в стандартном образце. Воспроизведенное содержание водорода не должно отличаться от его аттестованной характеристики в свидетельстве на стандартный образец более, чем на величину допускаемых расхождений, регламентируемых данным стандартом. Если указанное соотношение не выполняется, проведение анализа прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших наблюдаемое отклонение».

Пункт 1.4. Заменить ссылку: ГОСТ 5556—75 на ГОСТ 5556—81;

исключить ссылку на ГОСТ 23013—78.

Пункт 2.4. Заменить ссылки: ГОСТ 12862—73 на ГОСТ 12862—81, ГОСТ 5556—75 на ГОСТ 5556—81.

Пункт 2.6.3. Формулу (8) изложить в новой редакции:

$$K_{пр} = \frac{2{,}24 \cdot 10^{-4} \cdot P \cdot V \cdot \alpha}{R \cdot (273 + t) \cdot S_{кал} \cdot 1} ;$$

gost.e-ecolog.ru

экспликацию дополнить словами: «1 — один грамм·моль водорода».

(ИУС № 9 1987 г.)