ГОСТ 22598—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ И НИЗКОЛЕГИРОВАННЫЕ СПЛАВЫ НИКЕЛЯ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОРОДА

Издание официальное

БЗ 2—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.
За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

3 ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 22598—77

© Издательство стандартов, 1994

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Технического секретариата Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

УДК 669.245.001.4:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ И НИЗКОЛЕГИРОВАННЫЕ СПЛАВЫ НИКЕЛЯ

Метод определения кислорода

Nickel and low nickel base alloys.
Method of determination of oxygen

ГОСТ 22598—93

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения кислорода методом восстановительного плавления в никеле и низколегированных сплавах никеля по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241 в интервале массовых долей от 0,0005 до 0,30 %.

Метод основан на реакции взаимодействия растворенного и связанного кислорода с углеродом графитового тигля при высокой температуре. Кислород из расплавленного образца выделяется в газовую фазу в виде окиси углерода. Окись углерода поступает в анализатор, обеспечивающий количественный анализ экстрагированного газа.

Метод восстановительного плавления имеет два варианта: восстановительное плавление в вакууме (метод вакуум-плавления) и восстановительное плавление в токе инертного газа (в газе-носителе).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Приборы и установки, основанные на методе восстановительного плавления в вакууме:

С-911М1; С-1403М1 конструкции Гиредмет и их модификации.

Экспресс-анализаторы кислорода, основанные на методе восстановительного плавления в токе нейтрального газа-носителя: RO-16; RO-116; RO-316; АК-7516 и их модификации.

Издание официальное

Аппаратура должна пройти метрологическую аттестацию в соответствии с ГОСТ 8.326.

Примечание. Допускается применение установок иной конструкции с аналогичными метрологическими характеристиками.

2.2. Для подготовки образцов к анализу и проведения анализа используются следующие материалы и реактивы:

кислота азотная по ГОСТ 4461;
кислота уксусная по ГОСТ 61;
кислота соляная по ГОСТ 3118;
спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
прутки никелевые по ГОСТ 13083;
прутки медные по ГОСТ 10988;
стандартные образцы состава металлов по ГОСТ 8.315;
напильники по ГОСТ 1465.

2.3. Перечень материалов и реактивов, требующихся для эксплуатации конкретных марок аппаратуры, приводятся в соответствующих производственных конструкциях.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка образцов

3.1.1. Образцы не должны иметь трещин, заусенцев, раковин.

3.1.2. Масса образцов определяется в зависимости от массовой доли кислорода по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кислорода, %	Масса образца, г
От 0,0005 до 0,001 включ.	3,0—1,2
Св. 0,001 » 0,003 »	1,2—1,0
» 0,003 » 0,01 »	1,0—0,7
» 0,01 » 0,3 »	0,7—0,3

3.1.3. Поверхность компактных образцов подвергают механической зачистке (напильником с тонкой насечкой или резцом из быстрорежущей стали на токарном станке), промывают в спирте и высушивают на воздухе.

3.1.4. Образцы с массовой долей кислорода менее 0,003%, а также образцы сложной конфигурации или толщиной (диаметром) менее 3 мм независимо от массовой доли в них кислорода дополнительно подвергают травлению в свежеприготовленном

растворе травителя, состоящем из 700 частей ледяной уксусной кислоты, 300 частей азотной кислоты и 5 частей соляной кислоты. Условия травления: свежеприготовленный раствор подогревают до 70—80 °С, погружают в него образец и травят в течение 40 с. Затем образец промывают в проточной и дистиллированной воде и спирте. Допускается травить образцы одной партии металла одновременно в одном объеме травителя. После травления образец должен иметь светлую блестящую поверхность без пятен.

3.1.5. Массу подготовленных для анализа образцов определяют с погрешностью не более 0,01 г.

3.1.6. Не допускается подготовленные для анализа образцы хранить на воздухе более 2 ч.

3.2. Подготовка установок к проведению анализов производится в соответствии с техническим описанием и инструкцией по их эксплуатации.

3.2.1. Подготовка к анализу установок, основанных на методе восстановительного плавления в вакууме, включает:

проверку прибора на герметичность и проведение дегазации тигля при 2000—2100 °С в течение 1,5—2 ч. Конец дегазации характеризуется значением поправки контрольного опыта, которая не должна превышать 3,5 мкг окиси углерода за 3 мин экстракции при температуре 1600 °С;

формирование в тигле ванны из расплавленного металла, в которой будет происходить анализ образцов.

Для анализа чистого никеля в тигель загружают 2—3 г никеля и дегазируют 4—5 мин при температуре 1600 °С, после чего проводят контрольный опыт и измеряют величину поправки, которая за 3 мин экстракции при температуре 1600 °С не должна превышать 3,5 мкг окиси углерода.

Для анализа низколегированных никелевых сплавов используют медно-никелевую ванну. Порядок ее формирования следующий: снижают температуру до 1100 °С, загружают в тигель сначала 3—4 г меди, а затем 2—3 г никеля, постепенно в течение 10—15 мин повышают температуру до 1700—1750 °С и дегазируют расплав в течение 10—15 мин, после чего проводят контрольный опыт и измеряют величину поправки, которая не должна превышать 4,5 мкг окиси углерода за 3 мин экстракции при температуре 1700—1750 °С.

Примечание. В качестве ванны следует использовать никель и медь с массовой долей кислорода не более 0,005%.

3.2.2. Подготовка к анализу установок, основанных на методе восстановительного плавления в токе нейтрального газа-носителя включает:

проведение подряд не менее двух контрольных опытов с последовательно сменяемыми тиглями-капсулами и определение разности между наибольшей и наименьшей величинами полученных при этом поправок контрольного опыта. Прибор считается готовым к анализу, если эта разность составляет не более 2 мкг кислорода. В этом случае вычисляется средняя величина поправки контрольного опыта и вводится в запоминающее устройство прибора;

проведение калибровки измерительной ячейки прибора либо по напускам известных количеств калибровочных газов, либо по аттестованным по ГОСТ 8.315 стандартным образцам с известной массовой долей кислорода (того же порядка, что и в анализируемом образце).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Образец через шлюз вводят в печное пространство, а затем в тигель, где происходит его плавление и взаимодействие кислорода расплава с углеродом. Экстрагированный газ транспортируется в измерительную часть установки. В зависимости от типа используемой аппаратуры транспортировка осуществляется с помощью вакуумного насоса или потока газа-носителя.

4.2. В установках, основанных на методе восстановительного плавления в вакууме, анализ никеля проводят в никелевой ванне при температуре 1600°С, а низколегированных никелевых сплавов — в медно-никелевой ванне при температуре 1700—1750°С. Предельное соотношение масс никеля и меди в расплаве должно составлять 1 : 1. Оно обеспечивается периодическим пополнением ванны кусочками меди. Продолжительность экстракции в обоих случаях составляет 3—5 мин.

4.3. В установках, основанных на методе восстановительного плавления в токе нейтрального газа-носителя, анализ проводится без применения ванны в одноразовом графитовом тигле-капсуле. Продолжительность экстракции варьируется автоматически в зависимости от массовой доли кислорода и составляет 20—30 с. Контрольный опыт выполняют через каждые 5—6 определений.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При использовании установок, основанных на методе восстановительного плавления в вакууме, как правило, производится прямое измерение количества экстрагированного газа в замкнутом объеме по уравнению Клапейрона—Менделеева

$$X = \frac{P_{co} V}{(273 + t)\ m} \cdot 0{,}026, \qquad (1)$$

где X — массовая доля кислорода, %;

P_{co} — давление окиси углерода, выделившейся из образца, мм рт. ст;

V — аналитический объем, см³;

t — температура помещения, °С;

m — масса анализируемого образца, г;

0,026 — значение постоянных величин, входящих в уравнение Клапейрона—Менделеева.

5.2. При использовании современных экспресс-анализаторов кислорода, основанных на плавлении в токе нейтрального газа-носителя, результаты анализа высвечиваются на табло цифрового вольтметра или печатаются на бумажной ленте в частях на миллион (1 ppm = $1 \cdot 10^{-4}$ % по массе). При этом масса образца учитывается автоматически.

5.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух единичных параллельных определений X, если абсолютная величина разности между ними не превышает допускаемых значений d, вычисляемых для доверительной вероятности 0,95 из уравнения

$$d = \begin{cases} 0{,}4\overline{X} + 0{,}0001 & 0{,}0005 \leqslant \overline{X} \leqslant 0{,}0100; \\ 0{,}2\overline{X} + 0{,}0020 & 0{,}0100 \leqslant \overline{X} \leqslant 0{,}3000, \end{cases} \qquad (2)$$

где d — показатель сходимости.

5.4. Абсолютная величина разности результатов анализа одной и той же пробы не должна превышать допускаемого расхождения, вычисляемого из уравнения

$$D = \begin{cases} 0{,}7\overline{X} + 0{,}0002 & 0{,}0005 \leqslant \overline{X} \leqslant 0{,}0100, \\ 0{,}3\overline{X} + 0{,}0040 & 0{,}0100 \leqslant \overline{X} \leqslant 0{,}3000, \end{cases} \qquad (3)$$

где D — показатель воспроизводимости.

5.5. Контроль точности результатов анализа должен соответствовать ГОСТ 25086. Контроль точности проводится путем анализа стандартных образцов состава никеля по ГОСТ 8.315 — по двум параллельным определениям. Результаты анализа считаются точными, если абсолютная величина разности результатов параллельных определений кислорода в стандартном образце не превышает рассчитанной по уравнению (2) величины показателя сходимости d, а разность между воспроизведенной и аттестованной массовой долей кислорода в стандартном образце не превышает 0,71 D, где D — показатель воспроизводимости, определяемый по уравнению (3)

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.2, 3.2.2, 5.5	ГОСТ 6709—72	2.2
ГОСТ 8.326—89	2.1	ГОСТ 10988—75	2.2
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 13083—77	2.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 1465—80	2.2	ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 25086—87	1, 5.5
ГОСТ 4461—77	2.2		

Редактор **М. И. Максимова**
Технический редактор **Н. С. Гришанова**
Корректор **М. С. Кабашова**

Сдано в наб. 02.12.94 Подп. в печ. 22.12.94 Усл. печ. л. 0,47 Усл. кр.-отт. 0,47.
Уч.-изд. л. 0,40 Тир. 349 экз. С 1848

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 526

gost.e-ecolog.ru