ГОСТ Р 50965—96

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

АЛЮМИНИЙ И СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ

Метод определения водорода в твердом металле

Издание официальное

БЗ 3—2004

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» (ОАО ВИЛС), Техническим комитетом ТК 297 «Материалы и полуфабрикаты из легких и специальных сплавов»

ВНЕСЕН Главным управлением стандартизации и сертификации сырья и материалов Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 30 октября 1996 г. № 607

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ИЗДАНИЕ (июль 2004 г.) с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 2003 г. (ИУС 1—2004)

© ИПК Издательство стандартов, 1996
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

АЛЮМИНИЙ И СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ

Метод определения водорода в твердом металле

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

Дата введения 1997—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения водорода в алюминии и алюминиевых сплавах методом плавления в потоке инертного газа-носителя (при массовой доле водорода от 0,05 до 0,45 млн$^{-1}$).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 1012—72 Бензины авиационные. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 29298—92 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

3.1.1. Массовую долю водорода определяют на двух образцах одной пробы, взвешенных с погрешностью не более 0,01 г. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

4 Нормы погрешности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает анализ с погрешностью, не превышающей значения, указанные в таблице 1.

Издание официальное

Таблица 1

В миллионах$^{-1}$

Массовая доля водорода	Предел погрешности Δ, не более
От 0,05 до 0,09 включ.	0,03
Св. 0,09 » 0,18 »	0,04
» 0,18 » 0,27 »	0,05
» 0,27 » 0,45 »	0,06

5 Сущность метода

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.

6 Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор для определения массовой доли водорода H-mat 2020 (Германия) или RH-402 (США), внесенный в Госреестр средств измерений.

Допускается использование другой аппаратуры аналогичного назначения, обеспечивающей получение метрологических параметров, предусмотренных настоящим стандартом, и аттестованной в соответствии с [2].

Стандартные образцы состава алюминия или алюминиевых сплавов по ГОСТ 8.315 с аттестованной массовой долей водорода от 0,08 до 0,5 млн$^{-1}$.

Газ-носитель: азот 99,999 [1].

Водород 99,95 по ГОСТ 3022.

Гелий марки А [3].

Тигли графитовые фирмы — изготовителя анализатора или тигли соответствующих размеров других изготовителей из графита марки ТГ-1.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Бензин авиационный по ГОСТ 1012.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Пинцеты по ГОСТ 21241.

Батист по ГОСТ 29298.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7 Отбор проб и подготовка образцов для анализа

7.1 Пробу для анализа отбирают по нормативной документации на соответствующую продукцию.

Из твердого металла (слитки, чушки и др. полуфабрикаты) вырезают заготовку для образца шириной и толщиной от 10 × 10 до 12 × 12 мм и длиной от 80 до 100 мм.

Пробу жидкого металла заливают в толстостенную медную изложницу, в которой при кристаллизации заготовки для образца исключается потеря водорода, обеспечивается необходимое качество заготовки правильной формы и размеров, без раковин и трещин.

Требования к качеству внутренних поверхностей изложницы и металлической ложки, которой отбирают пробу, должны обеспечивать сохранение массовой доли водорода со значением, характеризующим анализируемый расплав.

7.2 Образец для анализа изготовляют в виде цилиндра диаметром (9,0±0,01) мм и высотой (35,0±0,1) мм для приборов типа H-mat, высотой (25,0±0,1) мм — для приборов типа RH-402. Форма и размеры образцов при использовании других аналогичных типов аппаратуры определяются профилем и размерами графитового тигля.

Поверхность пробы обтачивают на токарном станке без использования охлаждающей жидкости.

От пробы отрезают образец, при этом не допускается поддерживать его пинцетом. При

проведении указанной операции необходимо предусмотреть, чтобы образец падал в стеклянную бюксу, расположенную под ним.

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

7.3 До загрузки в анализатор образцы хранят в стеклянных бюксах, заполненных ацетоном, не более 5—6 ч. Для прибора RH-402 допускается хранение образцов в бюксах без ацетона.

7.2, 7.3 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

8 Подготовка анализатора

8.1. Подготовку анализатора (включение, установление газовых потоков, установку нулевого уровня катарометра) проводят в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации конкретного применяемого прибора (далее — инструкция).

8.2 Градуирование анализатора

В соответствии с инструкцией проводят градуирование анализатора.

8.1, 8.2 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

8.3 Определение поправки контрольного опыта

8.3.1 Для оценки качества используемой партии графитовых тиглей в соответствии с инструкцией определяют поправку контрольного опыта пустого графитового тигля ПКО-1, отнесенную к массе образца, в режиме анализа (раздел 9), значение которой не должно превышать 0,02 млн$^{-1}$ водорода. Указанную операцию проводят не менее чем на пяти тиглях от партии. При соответствии ПКО-1 указанному значению данную партию тиглей используют для проведения анализов.

8.3.2 Определяют поправку контрольного опыта графитового тигля с образцом ПКО-2, для чего образец, прошедший анализ, повторно расплавляют в режиме анализа (раздел 9). Для прибора H-mat значение ПКО-2 не должно превышать 0,03 млн$^{-1}$ водорода. Полученное значение ПКО-2 вводят в память ЭВМ. ПКО-2 устанавливают как среднеарифметическое значение двух параллельных определений. Для прибора RH-402 значение ПКО-2 не должно превышать значений для конкретного анализируемого сплава, указанного в приложении к инструкции.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.4 Проверку правильности градуирования анализатора проводят не реже одного раза в месяц, анализируя стандартный образец, в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Требования к стандартному образцу — по 11.3. В случае отклонения воспроизведенного значения массовой доли водорода в СО от аттестованного проводят корректирование значения К-фактора по аттестованной массовой доле водорода в СО в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

9 Проведение анализа

9.1 Образец извлекают из бюксы. Если бюкса заполнена ацетоном, образец сушат на предметном стекле теплым воздухом при температуре 40—50 °С. Дальнейшие операции анализа проводят в соответствии с инструкцией по следующим режимам. Для прибора H-mat:

- дегазация пустого графитового тигля при входном напряжении высокочастотного генератора (230±5) В в течение (60±10) с;
- охлаждение пустого тигля в течение (60±10) с;
- удаление поверхностного водорода с образца при входном напряжении ВЧ-генератора (140±5) В в течение (30±10) с;
- охлаждение тигля с образцом в течение (60±10) с;
- расплавление образца при входном напряжении ВЧ-генератора (220±5) В. Время расплавления образца фиксирует оптико-электрическая система анализатора, которая автоматически отключает нагрев в момент расплавления.

Примечание — При проведении операции расплавления необходимо визуально наблюдать за состоянием образца. Время от начала оплавления до полного расплавления образца не должно быть более 5 с, в противном случае необходимо отключить нагрев вручную.

Для прибора RH-402 операции анализа проводят в соответствии с инструкцией по конкретным для каждого анализируемого сплава режимам, указанным в приложении к инструкции, при этом

качество обработки поверхности образцов должно обеспечивать количество «поверхностного» водорода, не превышающее значений, указанных в данном приложении.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.2 Образец извлекают из тигля.

9.3 Анализ следующего образца проводят по 9.1 и 9.2.

10 Обработка результатов

10.1 Результаты определения массовой доли водорода рассчитывают автоматически, высвечивают на экране монитора (в млн$^{-1}$) и распечатывают.

10.2 Допускаемые расхождения результатов при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значения, указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Нормы допускаемых расхождений

В миллионах$^{-1}$

Массовая доля водорода	Абсолютное допускаемое расхождение	
	для сходимости, d_2	для воспроизводимости, D_2
От 0,05 до 0,09 включ.	0,03	0,04
Св. 0,09 » 0,18 »	0,04	0,05
» 0,18 » 0,27 »	0,06	0,07
» 0,27 » 0,45 »	0,08	0,09

11 Оперативный контроль точности

11.1 Контроль точности анализа, проводимого по методике, установленной настоящим стандартом, осуществляют с помощью государственных стандартных образцов (ГСО) состава алюминия или алюминиевого сплава.

11.2 Контроль точности анализа проводят в тех же условиях, что и сам анализ образцов алюминия и алюминиевых сплавов. Для этого анализируют стандартный образец при проведении двух параллельных определений. Массовая доля водорода в стандартном и анализируемых образцах не должна отличаться более чем в два раза.

11.3 За воспроизведенное значение массовой доли водорода в стандартном образце принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Анализ считают точным, если абсолютная разность результатов параллельных определений массовой доли водорода в СО не превышает нормы абсолютных допускаемых расхождений сходимости, а разность между воспроизведенной и аттестованной массовой долей водорода в СО не превышает $0{,}71D_2$, где D_2 — норма допускаемых расхождений воспроизводимости (таблица 2).

11.4 Если указанное соотношение не выполняется, то проведение анализа по данной методике прекращают до выявления причин, вызвавших повышенное отклонение.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6—21—39—79 Азот поверочный (Балашихинский кислородный завод — г. Балашиха Московской обл.)
[2] ПР 50.2.009—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений
[3] ТУ 51—940—80 Гелий газообразный (сжатый) очищенный марки «А»

ПРИЛОЖЕНИЕ А **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

УДК 669.24:006.354 ОКС 77.120.10 В59 ОКП 17 3230

Ключевые слова: алюминий, сплавы алюминиевые, метод контроля водорода, аппаратура, материалы, анализ, контроль точности анализа

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 16.08.2004. Подписано в печать 02.09.2004. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55.
Тираж 154 экз. С 3691. Зак. 765.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru s.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru