

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

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

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: РО-16, РО-116; РО-316; АК-7516 и их модификации.

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°C, а низколегированных никелевых сплавов — в медно-никелевой ванне при температуре 1700—1750°C. 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

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

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 газаносителя, результаты анализа высвечиваются на табло цифрового вольтметра или печатаются на бумажной ленте в частях на миллион (1 ппм = $1 \cdot 10^{-4}$ % по массе). При этом масса образца учитывается автомагически.

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

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

где d — показатель сходимости.

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

$$D = \begin{cases} 0,7\bar{X} + 0,0002 & 0,0005 \leq \bar{X} \leq 0,0100, \\ 0,3\bar{X} + 0,0040 & 0,0100 \leq \bar{X} \leq 0,3000, \end{cases} \quad (3)$$

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 8315 — 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 02.11.94

Подп в печ 22.11.94

Усл печ л 0,47

Усл кр от 0,47.

Уч-изд л 0,40 Гир 339 экз С 1848

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
Тип «Московский печатник» Москва Лялин пер., 6 Зак. 316