

УДК 669.295.5:546.11.06

Группа В59

О Т Р А С Л Е В О Й С Т А Н Д А Р Т

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ. МЕТОД
СПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
СОДЕРЖАНИЯ ВОДОРОДА

ОСТ 1 90034-81
взамен
ОСТ 90034-71

Несоблюдение стандарта преследуется по закону.

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод количественного определения содержания водорода в титане и его сплавах в диапазоне концентраций от 0,002 до 0,06% масс.

Метод является арбитражным при послойном и локальном анализе образцов с неравномерным распределением содержания водорода.

I. Общие требования

I.1. Сущность спектрального метода определения водорода.

Метод основан на возбуждении спектра пробы низковольтным импульсным разрядом с последующей регистрацией интенсивности спектральной линии водорода фотографическим или фотоэлектрическим способами.

I.2. Содержание водорода в титане и его сплавах определяют по градуировочным графикам, построенным с применением стандартных образцов (СО). Используется метод "трех эталонов".

При проведении анализа образцов с фотографической регистрацией градуировочный график строят в координатах:

где $S - \lg C$,
 S - почернение аналитической линии водорода;
 C - концентрация водорода в СО.

При проведении анализа с фотоэлектрической регистрацией градуировочный график строят в координатах:

$\lg n - \lg C$ или $n - C$.

Регистр. № ВИС - 8240547 от 02.03.1982г.

Разработан
ВИАМ

утвержден
МАП - 28.10.1981г.

Срок введения
с 01.07.1982г.
Срок действия
до 01.07.1987г.

Исполнитель	Проверил	Нач. отд.	Гл. инж.
Елизимова	Пастушенко	Крушиницкий	Мендюков
Введ. 29.11.85	Введ. 29.11.85	Сидневский	Сидневский

140186
ОСТ 1 90034-71 (ОС.553-73) аннулируется с 01.02.86г.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

142, 232, III, 830, 941

0.625 Зав. ЧЗЛ. 25.12.85

140186

где I — показание выходного измерительного устройства, пропорциональное интенсивности спектральной линии водорода.

1.3. При проведении анализа применяют государственные стандартные образцы (ГСО), отраслевые стандартные образцы (ОСО) и стандартные образцы предприятия (СОП).

2. Определение водорода с фотографической регистрацией спектра

2.1. Аппаратура, материалы, реактивы.

2.1.1. Аппаратура.

При определении водорода с фотографической регистрацией спектра применяют следующую аппаратуру:

спектрограф ИСП-51 с камерой $f=270$ мм;

конденсорная линза $f=94$ мм (для локального варианта);

низковольтный импульсный генератор, который служит в качестве источника света и электрическая схема которого приведена на рис. 1. Принцип действия генератора изложен в

приложении 1. Перечень деталей приведен в приложении 4. Рекомендуется два режима работы генератора — режим 1 и режим 2.

(параметры приведены в табл. 1). В режиме 1 диаметр пятна поражения составляет 2,5–2,7 мм, глубина 110–130 мкм, в режиме 2 — диаметр 1,0–1,2 мм, глубина — 60–70 мкм (локальный вариант).

Режим работы генератора выбирают в зависимости от задач анализа; стойка, которая служит держателем противоэлектрода и обеспечивает точное выставление конца противоэлектрода на оптическую ось спектрографа. Стойку рекомендуется изготавливать по чертежам ВИАМ (проект 122300900);

штатив для зажима образца типа ШТ-16, измененный таким образом, чтобы его конструкция обеспечивала перпендикулярное расположение анализируемой поверхности к оси противоэлектрода, а угол наклона ее к оси спектрографа составлял 15° ;

микрофотометр типа МФ-2 или ИФО-460;

станок токарный настольный типа ТВ16 (для заточки образцов) или токарный винторезный модели 1604;

станок точно-шлифовальный (обдирочно-наждачный) типа ТШ-500;

9865/86

станок токарный настольный часовой типа С-95 (для заточки противоэлектродов) или универсальный станок модели КИ-35, сушильный шкаф.

2.1.2. Материалы.

При определении водорода с фотографической регистрацией спектра применяют следующие материалы:

прутки меди марок М00, М1 по ГОСТ 855-78, диаметром 3-6 мм (для противоэлектродов);

фотопленка панхром или изопанхром (например, аэрофото-пленка 35 мм, тип 15-800 или тип 22 чувствительностью 1000-1200 ед.),

абразивные круги по ГОСТ 2424-75 (Ш - плоскопараллельные, различного диаметра в зависимости от станка, КЗ-корунд зеленый или ЭБ - электрокорунд белый, зернистость от 16 до 25, твердость C_1 или C_2).

2.1.3. Реактивы.

При определении водорода с фотографической регистрацией спектра применяют следующие реактивы:

проявитель № 1;

фиксаж кислый по ГОСТ 2817-50;

спирт этиловый реактивированный технический по ГОСТ 18300-72 (для обезжиривания поверхности образцов);

сигтанол или мощнее средство ОП-10.

2.1.4. Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов при условии получения чувствительности и воспроизводимости анализа не ниже предусмотренных настоящим стандартом.

2.2. Подготовка образцов и противоэлектродов.

2.2.1. Завод-поставщик и заводы-потребители должны проводить анализ одного и того же материала с использованием образцов, которые характеризуются одинаковым состоянием (режим термообработки и пр.) и одинаковым способом подготовки анализируемой поверхности.

2.2.2. Для анализа используют образцы следующих форм и размеров:

прутки круглого или квадратного сечения диаметром (стороной) не менее 3 мм (при применении режима 1) и - 1,2 мм (при применении режима 2);

98/598/86

листы толщиной не менее 0,5 мм (при применении режима 1) и - 0,1 мм (при применении режима 2);

профили, полосы, диски.

Примечание. Анализ листов (фольги) толщиной 0,05-0,1 мм, сварочной проволоки диаметром 0,5-1,2 мм следует проводить по техдокументации ВИАМ. Образцы листов и проволоки, размеры которых меньше указанных, следует анализировать методом "вакуум-нагрева согласно ОСТ 92052-76" Сплавы титановые. Определение водорода в твердом металле методом вакуум-нагрева".

2.2.3. Подготовка проб к анализу зависит от состояния материала, поступающего на анализ, и вида полуфабриката.

а) пробы из прутков и профильных заготовок анализируют с зачищенной торцевой стороны.

б) образцы из поковок и штамповок, а также образцы после отжига на воздухе анализируют после зачистки до удаления альфированного слоя.

в) образцы из сварных соединений (шов, околошовная зона, основной металл) анализируют с зачисткой поверхности до удаления цветов побежалости.

г) образцы от листов в состоянии поставки зачищают на глубину не менее 0,03 мм

2.2.4. Анализируемую поверхность вышеуказанных образцов затачивают на токарном станке обезжиренным резцом на плоскость без применения эмульсии.

2.2.5. Образцы сложной формы и листы можно зачищать личным напильником или на наждачном круге. Образцы из сварочной проволоки диаметром 1,2-1,5 мм следует раскатать до толщины не менее 0,1 мм и затем зачистить напильником или на наждачном круге. Во избежание перегрева образца зачистку производят при скорости вращения круга 900-1400 об/мин. Перед зачисткой каждого образца следует очистить круг от остатков металла ранее затачиваемой пробы.

2.2.6. Параметр шероховатости анализируемой поверхности R_z должен быть не более 10 мкм по ГОСТ 2789-73. На обескрываемой поверхности образцов недопустимо наличие раковин,

91/598
9 265/76

Таблица I

Аппаратура, конструктивные параметры	Способ регистрации		
	Фотографический	Фотоэлектрический	
	Режимы генератора		
	1-й режим	2-й режим	3-й режим
Спектральный прибор	Спектрограф ИСП-51 с камерой $f=270$ мм		
Освещение цели	Бесконденсорное		
Ширина цели	0,03-0,04 мм		
Параметры разрядного контура	Емкость 2400 мкФ Индуктивность 80-100 мкГн Омическое сопротивление 0,30-0,25 Ом	Емкость 160 мкФ Индуктивность 30-35 мкГн Омическое сопротивление 0,30-0,25 Ом	Емкость 2400 мкФ Индуктивность 80-100 мкГн Омическое сопротивление 0,25-0,20 Ом
Зарядное напряжение	230-250 В		
Поларность образца	анод		
Материал противозлектрода, форма ваточки	анод		
Длина волны аналитической линии	656,2 нм		
Приемник света	Фотопленка (см. п. 2. I.)		
Система координат градуировочного графика	S- <i>lg</i> c	<i>lg</i> n- <i>lg</i> c	n-c
Относительное стандартное отклонение	0,15	0,17	0,15

Примечание. Величины емкостей указаны по номиналу, фактические их значения могут отличаться от указанных на $\pm 20\%$ отн.

царапин, трещин, шлаковых включений, надиров, волнистости, цветов побежалости, недопустимо попадание капель влаги, масла, грязи. В случае сильной загрязненности общей поверхности образца перед зачисткой его следует обезжирить указанным ниже способом.

2.2.7. Влажность воздуха в лабораторном помещении и мастерской не должна превышать 75%.

2.2.8. Подготовка к анализу СО и анализируемых образцов (АС) должна быть однотипной для данной серии измерений.

2.2.9. Образцы из листов или образцы-свидетели после технологических операций (химфрезерования или травления с последующей облагораживающей обработкой, после травления под сварку, после вакуумного отжига) анализируют с предварительным обезжириванием (без зачистки).

Примечание. Если осуществляется контроль за состоянием поверхности образцов после вакуумного отжига и химфрезерования, а также во время их доставки на анализ (в эксикаторе), то обезжиривание можно не проводить.

2.2.10. Обезжиривание производят следующим образом:

а) анализируемую поверхность образца протирают куском обезжиренной ткани (например, бязь), пропитанной 20%-ным раствором синтанола (или ОП-10), который готовят из расчета расхода 3 мл этилового спирта на 1 образец;

б) затем поверхность промывают проточной теплой водой (30-60°C) в течение 15-20 мин (струя воды должна быть направлена на исследуемое место образца, который устанавливают на ребристую подставку), ополаскивают дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу при температуре 100-105° в течение 30-60 мин после чего образец помещают в эксикатор с индикаторным силикагелем, где он остывает до комнатной температуры.

2.2.11. Параметр шероховатости поверхности обезжириваемых образцов должен соответствовать требованиям предъявляемым к поверхности затачиваемых образцов (см. п.2.2.6.). При более грубой обработке погрешность анализа увеличивается.

2.2.12. Образцы после обезжиривания пригодны для анализа в течение восьми часов (при условии их хранения в эксикаторе).

20/598

2.2.13. СО при анализе обезжиренных проб затачивают на токарном станке в соответствии с вышеуказанными требованиями.

2.2.14. Противозлектроды затачивают на токарном станке обезжиренным резцом на конус с углом при вершине 50° . Параметр шероховатости поверхности должен быть таким же, как для поверхности образцов. Качество заточки контролируется по шаблону с помощью лупы с увеличением 7-10 раз методом сравнения.

2.2.15. СО, А0 и противозлектроды затачивают перед анализом (допускается их хранение после заточки в эксикаторе: электродов - не более 24 часов, СО и А0 - 8 часов).

2.3. Проведение анализа.

Для определения содержания водорода в А0 выполняют следующие операции:

1. Производят импульсный разряд подведением анализируемой поверхности пробы к противозлектроду.

2. Фотографируют спектры СО и А0 (по 3-6 раз каждый) на одной фотопленке при выбранных условиях анализа (см. таблицу I). Регистрацию спектра производят от одного импульсного разряда. Подбирают такие условия анализа (положения источника света, конденсора и др), при которых обеспечиваются нормальные почернения аналитической линии водорода.

3. Измеряют почернения S аналитической линии водорода.

4. Строят градуировочный график (для большинства приборов - криволинейный) по точкам, соответствующим усредненным значениям почернений линии водорода для СО. График пригоден для анализа образцов, спектры которых сняты вместе с СО на одной фотопленке.

5. Определяют содержание водорода в А0 по градуировочному графику для каждого измеренного значения почернения S .

2.4. Обработка результатов.

2.4.1. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое трех-шести параллельных определений, если выполняется условие:

$$\frac{X_{max} - X_{min}}{X_{min}} = 4S_p \bar{X}_n$$

где X_{max} - наибольший результат из параллельных определений;

X_{min} - наименьший результат из параллельных определений;

28/598 D

S_r - относительное стандартное отклонение, характеризующее сходимость измерений;

\bar{X}_n - среднее арифметическое, вычисленное из n параллельных определений.

2.4.2. Сходимость результатов анализа с фотографической регистрацией спектра характеризуется относительным стандартным отклонением, приведенным в таблице I.

2.4.3. Методика вычисления S_r изложена в ГОСТ 23902-79 "Сплавы титановые, методы спектрального анализа", приложение I.

3. Определение водорода с фотоэлектрической регистрацией

3.1. Аппаратура, материалы, реактивы.

3.1.1. Аппаратура.

При определении водорода в титановых сплавах с фотоэлектрической регистрацией интенсивности линии водорода применяют следующую аппаратуру и оборудование:

фотоэлектрический стилометр с регистрирующим устройством ЭНС-154 (ЭНС-164) или спектрограф ИСП-51 с приставкой ФЭП-1. В качестве регистрирующего прибора может быть использован цифровой вольтметр типа В-4-17;

конденсор $f=94$ мм;

фотоумножитель ФЭУ-22 или ФЭУ-51;

низковольтный импульсный генератор (см. п.2.1.1.);

стойка-держатель противоэлектрода (см. п.2.1.1.);

штатив для зажима образца (см. п.2.1.1.);

станки токарные, настольный и часовой, точношлифовальный (см. п.2.1.1.);

сушильный шкаф.

3.1.2. Материалы.

Прутки меди (см. п.2.1.2.); круги абразивные (см. п.2.1.2.)

3.1.3. Реактивы

Спирт этиловый (см. п.2.1.3.), синтанол или моющее средство ОП-10.

Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов при условии получения чувствительности и воспроизво-

98/508/86

димости анализа не ниже предусмотренных настоящим стандартом.

3.2. Подготовка образцов.

Образцы готовят, как указано в п.2.2.

3.3. Проведение анализа.

Для определения водорода в АО выполняют следующие операции:

1. Производят импульсный разряд подведением анализируемой поверхности пробы к противоэлектроду.

2. Производят по 3-6 измерений сигнала, пропорционального интенсивности аналитической линии водорода для АО при выбранных условиях анализа (см. табл. I).

3. Строят градуировочный график (для большинства приборов - криволинейный) по точкам, соответствующим усредненным значениям показаний выходного измерительного устройства.

4. Определяют содержание водорода в АО по градуировочному графику для каждого показания выходного измерительного устройства.

3.4. Обработка результатов

Обработку результатов производят так, как указано в п. 2.4. Сходимость результатов анализа с фотоэлектрической регистрацией характеризуется относительным стандартным отклонением, приведенным в табл. I.

4. Техника безопасности

4.1. При наладке аппаратуры и проведении спектрального определения водорода необходимо руководствоваться "Правилами по устройству и содержанию лабораторий и пунктов спектрального анализа", утвержденными Президиумом АН СССР 29/VI-1953г. и согласованными с ВЦСПС.

4.2. Установка должна быть оборудована защитным экраном с блокировкой, обеспечивающей безопасную работу при смене противоэлектродов и образцов и местной вытяжной вентиляцией.

98/598 B
D 265/86

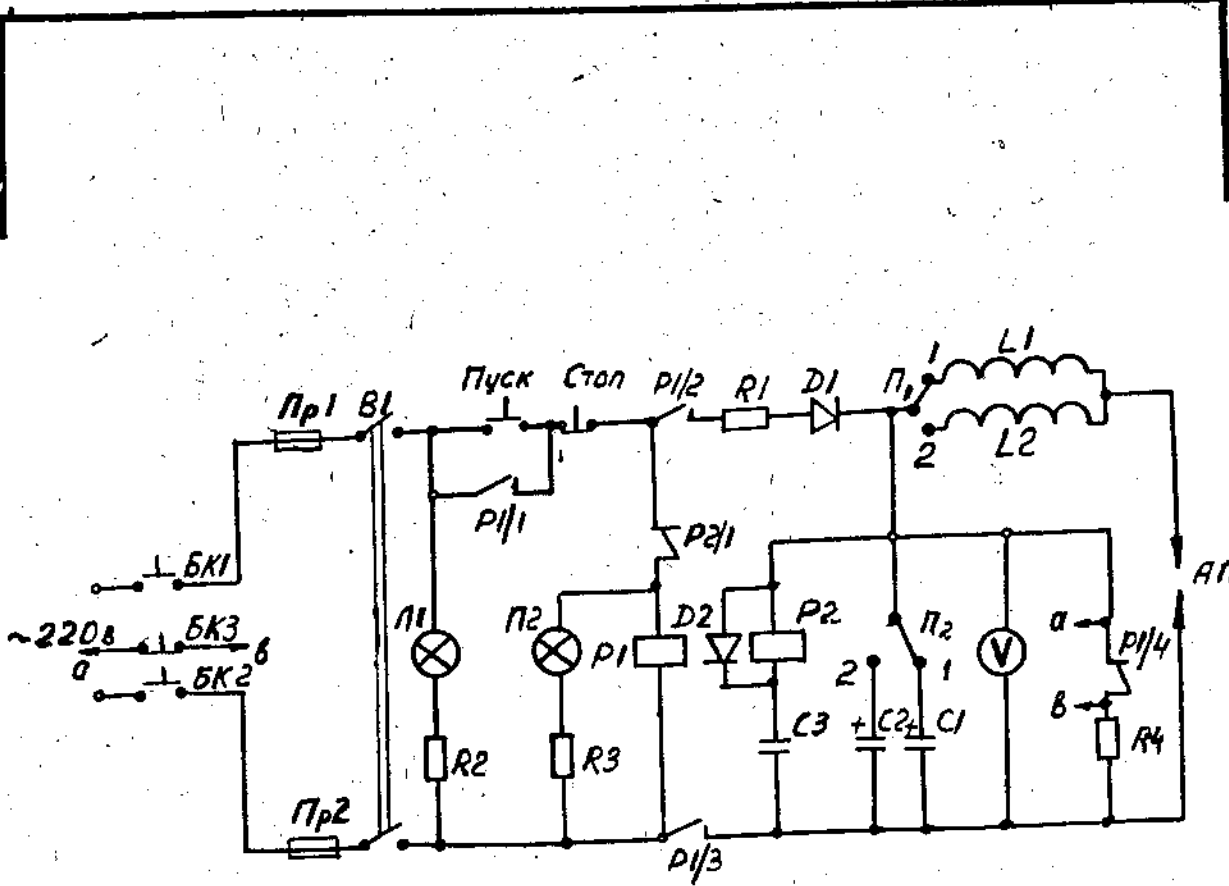


Рис. 1

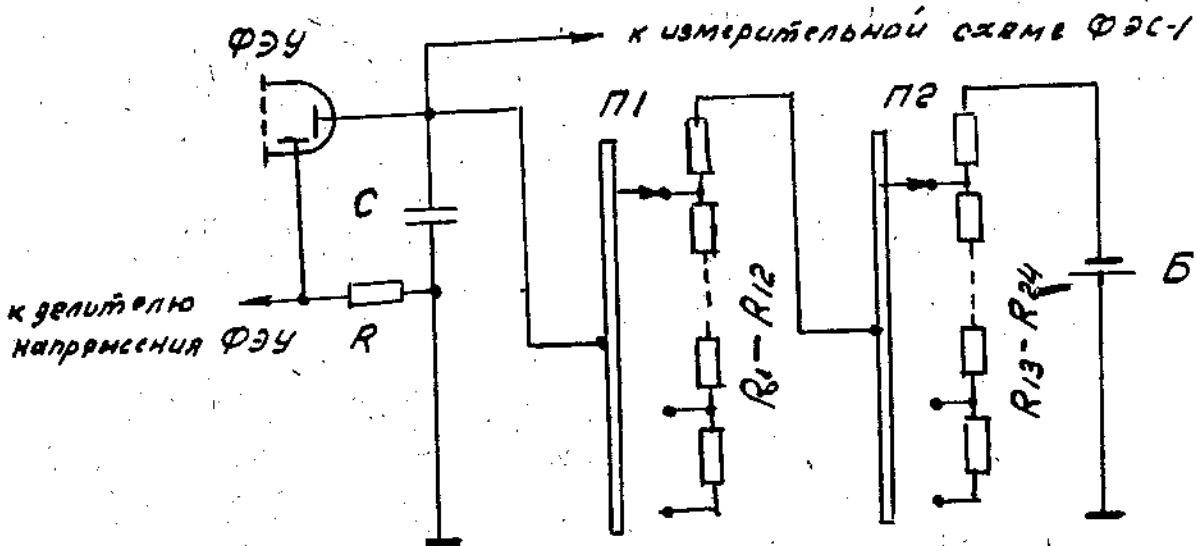


Рис. 2

98/598 B

ПРИЛОЖЕНИЕ І

Краткое описание импульсного
низковольтного генератора

Генератор представляет собой электрическое устройство, позволяющее получать низковольтные импульсные разряды между анализируемым образцом и противоэлектродом.

Принцип действия генератора (см. рис. 1).

Напряжение ~ 220 в через блокировочные контакты БК1 и БК2 подается на вход генератора. При включении тумблера В1 загорается сигнальная лампочка Л1. При нажатии на кнопку "Пуск" загорается сигнальная лампочка Л2, срабатывает реле Р1, контакты Р1/4 замыкаются, а через контакты Р1/1, Р1/2, Р1/3 напряжение подается на полупроводниковый выпрямитель Д1 и начинается зарядка конденсатора С3 и блока накопительных конденсаторов С1 или С2.

Режим работы генератора устанавливается переключателями П1 и П2 (положение 1 - режим "1", положение 2 - режим "2"). После зарядки блока накопительных конденсаторов до фиксированного напряжения, которое контролируется вольтметром V, путем подведения образца к противоэлектроду осуществляют импульсный разряд.

В момент возникновения разряда через катушку реле Р2 проходит импульс тока (за счет разряда С3) и реле Р2 срабатывает. Контакты Р2/1 замыкаются и реле Р1 обесточивается. При этом контакты Р1/1, Р1/2 и Р1/3 замыкаются, а контакты Р1/4 размыкаются.

Остаточный разряд с блока накопительных конденсаторов снимается путем разрядки конденсаторов на сопротивление R4.

Генератор приходит в исходное состояние "Готов к пуску".

При повторном нажатии на кнопку "Пуск" операции, описанные выше, повторяются и осуществляется следующий импульс.

Для экстренного выключения генератора служит кнопка "Стоп".

Питание генератора осуществляется от автотрансформатора РНО-250. При открывании двери штатива (или защитного экрана)

98/592/86

обеспечивается полное отключение генератора от сети контактами БК1, БК2 и дополнительное шунтирование блока накопительных конденсаторов контактами БК3.

Таким образом, обеспечивается полная безопасность при работе с импульсным генератором.

Формирование разрядного импульса осуществляется путем подбора параметров разрядного контура (режим "1" - С1 и L1, режим "2" - С2 и L2).

Перечень элементов, входящих в электрическую схему, представлен в приложении 3.

90/5288 0

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Краткое описание устройства для
компенсации темнового тока фото-
электронного умножателя (ФЭУ)

На рис. 2 представлена принципиальная электрическая схема устройства для компенсации темнового тока ФЭУ.

Темновой ток компенсируется в "холостом" режиме (при нажатой кнопке "Пуск" прибора ФЭС-1), т.е. в тот момент, когда он может быть зарегистрирован (без полезного сигнала).

Величину тока компенсации, возникающего под действием батареи Б, устанавливает с помощью переключателей П1 (грубая регулировка) и П2 (тонкая регулировка).

Положение переключателей П1 и П2 выбирают такое, чтобы ток компенсации был равен темновому току. При этом конденсатор С не может зарядиться, т.к. эти токи текут в противоположных направлениях. Визуально это наблюдают по показаниям потенциометра (сначала нажимают на кнопку "Сброс" прибора ФЭС-1, затем - на "Пуск", при этом подвижная шкала потенциометра не должна перемещаться, что соответствует показанию равному нулю).

После того как темновой ток скомпенсирован, производят импульсный разряд между анализируемым образцом и противоэлектродом и регистрацию интенсивности спектральной линии водорода.

Перечень элементов, входящих в электрическую схему, представлен в приложении 4.

98/598 B

Перечень деталей к импульсному генератору

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

Обозначение	Наименование и тип детали	Техническая характеристика	№ стандарта	Количество	Примечание
I	2	3	4	5	6
P1	Резистор ПЭВ-50	200-300 Ом	ГОСТ 6513-75	1	
P2, P3	- " - МЛТ-0,5	600 Ом ±20%	ГОСТ 6513-75	2	
P4	- " - ПЭВ-50	200 Ом	ГОСТ 6513-75	1	
C1	Конденсатор К50-3Ф	300 В, 1000 мкФ	ОЖ0.464.056TV	2	
C2	Конденсатор К50-3Ф	300 В, 500 мкФ	ОЖ0.464.079TV	1	
C3	Конденсатор МБГО	300 В, 150 мкФ	ОЖ0.462.023TV	1	
В1	Тумодлер ТВИ-2	2А ДВУХПОЛОСНЫЙ	УС 360.049TV	1	
Л1, Л2	Лампа сигнальная ТН-0,3	Наж. =150 В У=0,3 А		2	
"Пуск" "Стоп"	Кнопка пусковая ПТКА-2	2А	ОЖ3.604.014TV	2	
ПР, ПР2	Предохранитель ВП25-1-2А	2А	ОЖ0.481.005TV	2	
P1	Реле МКУ-48	220 В	РА4.509.023	1	
P2	Реле РЭС-6	30 В, 15 А	РА4.523.009TV	1	

6 КОНТАКТОВ:
4Н.0. 2Н.3.
Дисторф РЮ.
452.120. 2КОНТАК-
та Н.3.

98/598 В

28/5988

1	2	3	4	5	6
БКІ, БКЗ У	Микропереключатель МІЗ-І Вольтметр М4254	2А 300 В, класс точ- ности 1,5 10 А, 400 В	ОК0.360.007ТУ ГОСТ 5.1530-77	3	
ДІ	Диод кремниевый Д246А		ОАО 336206ТУ	I	
Д2	Диод полупровод- никовый КД209А		ТРЗ.362.088ТУ	I	
Ш, П2	Клеммы зажимные ЗКУ-І-І	600 В	ГОСТ 10420-63	10	Паспорт Н560.483.000 Провод ПЭЛ
L1	Катушка индуктив- ности	100 мкГн; 0,15 Ом φ - 1,12 мм 43 витка	Нестандартная	I	
L2	Катушка индуктив- ности	30 мкГн; 0,25 Ом φ - 0,63 мм 20 витков	Нестандартная	I	Намотка на каркас Д=65 мм

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

Перечень деталей к устройству для
компенсации темнового тока ФЭУ

Обозначение	Наименование и тип детали	Техническая характеристика	№ стандарта	Количество	Примечание
ФЭУ	Фотоумножитель ФЭУ-22	см. паспорт		1	Возможно применение ФЭУ-51
R	Резистор МЛТ	0,5 Вт		1	см. паспорт ФЭУ-22
R ₁ -R ₁₂	КИМ	0,125 Вт 100 МОм ±10%	ОЖО.467.080ТУ	12	Величина сопротивле- ния указана ориенти- ровожно, зависит от качества ФЭУ
R ₁₃ -R ₂₄	КИМ	0,125 Вт 10 МОм ±10%	ОЖО.467.080ТУ	12	Величина сопротивле- ния указана ориенти- ровожно, зависит от качества ФЭУ
Ш, П2	Переключатель ПК-11111-А	Керамический на 11 положений	УСО.360.059ТУ	2	
Б	Батарей	"Крона БЦ" 9 В	ГОСТ 17659-79	1	
С	Конденсатор МПО	600 В, 0,1 мкФ	ОЖО.461.067ТУ	1	

ВИАМ. Заказ 1735-82, тираж 420
Рассылается по списку

Верно: Тетеря / Тетерева /

2865/86