
**Титан и титановые сплавы.
Определение содержания кислорода.
Инфракрасный метод после плавления
в среде инертного газа**

*Titanium and titanium alloys — Determination of oxygen —
Infrared method after fusion under inert gas*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22963:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee9718c-b182-4807-98fb-fe609fbefcb/iso-22963-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 22963:2008(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe — торговый знак Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами – членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22963:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee9718c-b182-4807-98fb-fe609fbefcb/iso-22963-2008>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Принцип	1
3 Реактивы	1
4 Аппаратура	2
5 Образец	3
6 Методика	3
7 Прецизионность	6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22963:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee9718c-b182-4807-98fb-fe609fbeckb/iso-22963-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee9718c-b182-4807-98fb-fe609fbeckb/iso-22963-2008>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 22963 разработан Техническим комитетом ISO/TC 79, *Легкие металлы и их сплавы*, Подкомитетом SC 11, *Титан*.

[ISO 22963:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee9718c-b182-4807-98fb-fe609fbeffcb/iso-22963-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee9718c-b182-4807-98fb-fe609fbeffcb/iso-22963-2008>

Титан и титановые сплавы. Определение содержания кислорода. Инфракрасный метод после плавления в среде инертного газа

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает инфракрасный метод после плавления в среде инертного газа для определения массовой доли кислорода в титане и титановых сплавах.

Данный метод применим к титану и титановым сплавам с массовой долей кислорода в диапазоне от 0,02 % до 0,4 %.

2 Принцип

Расплавляют пробу для анализа с флюсом (металлические платина или никель) в графитовом тигле в потоке инертного газа (He или Ar), используя импульсную печь. Выделившийся кислород реагирует с углеродом с образованием монооксида углерода. В зависимости от конструкции прибора монооксид углерода окисляется в диоксид углерода или остается в виде монооксида углерода и переносится потоком инертного газа в инфракрасный детектор.

Измеряют поглощение монооксида или диоксида углерода в ИК-области спектра относительно калибровочной кривой, построенной по показаниям стандартного образца титана.

3 Реактивы

3.1 Общие положения

При анализе используют только реактивы признанного аналитического качества, если не оговорено иначе.

3.2 Перхлорат магния, $Mg(ClO_4)_2$ (коммерческое название: ангидрон)

Этот реактив используется в приборе для поглощения воды. Используют реактив такой чистоты, которая указана производителем прибора.

3.3 Гидроксид натрия на глине (коммерческое название: аскарит)

Используется в некоторых приборах для поглощения воды. Используют реактив такой чистоты, которая указана производителем прибора.

3.4 Оксид меди

Используется в некоторых приборах для окисления монооксида углерода в диоксид углерода. Используют реактив такой чистоты, которая указана производителем прибора.

3.5 Гелий или аргон

Используют тот реактив (He или Ar) и такой чистоты, которые указаны производителем прибора.

3.6 Раствор для очистки никеля

Смешивают 75 мл уксусной кислоты, 25 мл азотной кислоты и 2 мл соляной кислоты.

3.7 Раствор для очистки титана

3.7.1 Раствор для очистки титана (А)

Смешивают 100 мл азотной кислоты (1+1) и 5 мл фтористоводородной кислоты.

3.7.2 Раствор для очистки титана (В)

Смешивают 90 мл азотной кислоты (1+1) и 30 мл фтористоводородной кислоты.

3.8 Ацетон

3.9 Никель

Капсулы, проволока или сетка минимальной чистоты 99 % (массовая доля) с массовой долей кислорода менее 0,005 %. Никель погружают в теплый раствор для очистки (3.6) на 30 с. Затем промывают водой, этанолом и ацетоном, каждым в течение 30 с, и до использования хранят в ацетоне. Непосредственно перед использованием никель следует сушить воздухом.

3.10 Платина

Листы (толщиной < 1 мм), проволока ($\varnothing < 3$ мм) или фольга (толщиной от 0,01 до 0,03 мм) минимальной чистоты 99 % (массовая доля) с массовой долей кислорода не менее 0,005 %. Платину промывают ацетоном и до использования хранят в эксикаторе.

3.11 Стандартный образец титана

Выбирают только стандарты титана и титановых сплавов. Выбирают стандарт, содержащий приблизительно от 0,2 % до 0,35 % (массовая доля) кислорода. Точность метода определения в значительной степени зависит от значений кислорода, установленных для эталонных материалов, и от гомогенности этих материалов. Таким образом, стандартный образец титана следует использовать со стандартными эталонными материалами или сертифицированными эталонными материалами.

4 Аппаратура

4.1 Прибор

Прибор, необходимый для плавления пробы для анализа в потоке инертного газа (He или Ar) с использованием импульсной печи и измерения выделившегося монооксида или диоксида углерода, можно заказать у ряда производителей.

4.2 Графитовый тигель, используют тигли высокой чистоты, пригодные для прибора.

4.3 Фильтры из стекловаты

4.4 Пинцет, изготовленный из пластмассы, стойкой к воздействию растворителей и кислот (используемый во время процесса приготовления образца).

5 Образец

5.1 Отбор образцов

Методика отбора образцов титана и титановых сплавов должна согласовываться до тех пор, пока не будет опубликован соответствующий стандартный метод.

5.2 Приготовление проб для анализа

Оптимальная проба для анализа представляет собой стержень (диаметром приблизительно 5 мм и номинальной массой от 0,06 г до 0,14 г) или кубик (со сторонами приблизительно 3 мм и номинальной массой от 0,06 г до 0,14 г).

Отрезают пробу для анализа (от 0,08 г до 0,14 г) от лабораторного образца. Проба для анализа должна быть отрезана на станке без использования смазочно-охлаждающей жидкости, избегая перегрева пробы для анализа.

Очищают поверхность образца в соответствии с методом а), б) или с).

- а) **Метод а)** Выщелачивают пробу для анализа в растворе для очистки титана (3.7.1) приблизительно при температуре 20 °С до тех пор, пока ее поверхность не станет чистой. Для этого обычно требуется приблизительно 50 с. Сразу же удаляют с помощью пинцета реагирующую пробу для анализа, промывают ее дважды водой и один раз этанолом и ацетоном, а затем оставляют на воздухе для высушивания. Сейчас масса этой пробы для анализа должна составлять от 0,05 г до 0,13 г. Следует хранить пробу для анализа в эксикаторе.
- б) **Метод б)** Выщелачивают пробу для анализа в растворе для очистки титана (3.7.2) в течение 5 с от начала бурной реакции пробы для анализа с этим раствором. Сразу же удаляют с помощью пинцета реагирующую пробу для анализа, промывают ее дважды водой и один раз этанолом и ацетоном, а затем оставляют на воздухе для высушивания. Сейчас масса этой пробы для анализа должна составлять от 0,05 г до 0,13 г. Следует хранить пробу для анализа в эксикаторе.
- с) **Метод с)** Обрабатывают напильником или срезают все наружные края, оставляя только свежие поверхности, промывают ацетоном и сушат на воздухе. Сейчас масса этой пробы для анализа должна составлять от 0,05 г до 0,13 г.

Взвешивают пробу для анализа с точностью до 0,1 мг.

6 Методика

6.1 Количество определений

Выполняют определение, по меньшей мере, дважды, и по возможности в условиях повторяемости.

6.2 Подготовка прибора

Собирают прибор в соответствии с рекомендациями изготовителя. Устанавливают требуемую энергию, соединения для газа и воды.

Помещают графитовый тигель (4.2) на подставку печи и затем дегазируют при нагревании выше температуры дегазации образца.

Непрерывно нагревают при температуре выделения кислорода и записывают сигнал считывания анализатора. Повторяют эту операцию до получения устойчивого значения сигнала считывания анализатора.

Проверяют чистоту фильтров из стекловолокна (4.3) и заменяют их по мере необходимости.

При отключении электроснабжения на длительное время оставляют прибор для стабилизации в течение времени, рекомендованного производителем.

После смены фильтра (4.3) и/или реактивов (3.2, 3.3 и 3.4) или если прибор находился какое-то время в неподготовленном к работе состоянии, стабилизируют прибор, выполняя пробные испытания, на результаты которых не принимают во внимание. Затем проводят контрольное испытание, калибровку и подготовительные испытания, как указано в 6.3, 6.4 и 6.5, перед проведением анализа образца.

ПРИМЕЧАНИЕ Соответствующие температура дегазации образца и температура выделения кислорода указаны в инструкции производителя.

При использовании приборов с компьютерной системой построения калибровочной кривой стандартизация (поправка на смещение, нормализация, повторная калибровка) и измерение концентрации кислорода должны выполняться в соответствии с руководством по программному обеспечению компьютерной системы прибора.

6.3 Контрольный опыт

Перед определением дважды проводят следующий контрольный опыт.

Выполняют, как указано в 6.5, с использованием графитового тигля и анализируют никель или платину (тот же тип металла и той же массы, что при анализе образца), но без пробы для анализа.

Получают показание контрольного опыта.

Среднее значение контрольного опыта должно быть достаточно низким по сравнению с содержанием, подлежащим определению в пробе для анализа.

Если значения контрольного опыта аномально высоки, исследуют и устраняют источник загрязнения.

Если среднее значение контрольного опыта удовлетворяет требованиям, то оно может быть затем введено в блок вычитания прибора.

6.4 Калибровка

Перед определением проводят следующую калибровку.

Выполняют, как указано в 6.5, используя стандартный образец титана (3.11) вместо пробы для анализа.

Вычитают среднее значение контрольного опыта (6.3) из сигнала считывания анализатора.

Повторяют вышеуказанный процесс несколько раз.

Рассчитывают промежуточный коэффициент эквивалентности кислорода (f) сигнала считывания анализатора и рассчитывают коэффициент эквивалентности кислорода (F) по формулам (1) и (2),

$$f_i = m_O / S_i \tag{1}$$

$$I = l \sim n$$

$$F = \frac{\sum_{i=1}^n f_i}{n} \tag{2}$$

где

- F коэффициент эквивалентности кислорода сигнала считывания анализатора кислорода, выраженный в мг;
- f промежуточный коэффициент эквивалентности кислорода сигнала считывания анализатора кислорода, выраженный в мг;
- m_{O} масса кислорода во взвешенном стандартном образце титана, рассчитанная по формуле (3), выраженная в мг;
- S промежуточный сигнал считывания анализатора после вычитания среднего значения контрольного опыта.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Рассчитывают массу кислорода во взвешенном стандартном образце титана следующим образом:

$$m_{\text{O}} = \frac{f(G - P)}{F} \cdot 100 \cdot 10^3 \quad (3)$$

где

- m_{O} масса кислорода во взвешенном стандартном образце титана, выраженная в мг;
- G масса стандартного образца титана, выраженная в г;
- P массовая доля кислорода в стандартном образце титана, выраженная в процентах.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 См. инструкции производителя относительно надлежащих методик проведения контрольного опыта.

6.5 Методика

ISO 22963:2008

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee9718c-b182-4807-98fb-fe609fbefeb/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee9718c-b182-4807-98fb-fe609fbefeb/iso-22963-2008)

Собирают прибор, калибруют его и определяют рабочие характеристики, как указано в 6.2, 6.3 и 6.4.

Перед каждым определением очищают электрод кисточкой и устройством для вакуумной чистки.

Заворачивают пробу для анализа (5.2) в никель (3.9) или платину (3.10) и помещают в прорезь для образца.

ПРИМЕЧАНИЕ Масса никеля или платины должна превышать массу пробы для анализа, по меньшей мере, в десять раз.

Помещают графитовый тигель (4.2) на подставку печи и затем дегазируют при нагревании выше температуры дегазации образца.

Помещают пробу для анализа с никелем (3.9) или платиной (3.10) в дегазированный тигель, регистрируя массу пробы для анализа.

Эксплуатируют печь в соответствии с инструкциями производителя по плавлению, выделению кислорода и измерению поглощения в ИК-области спектра.

В конце цикла плавления и измерения вынимают и отбрасывают тигель, а затем регистрируют сигнал считывания.

Во время проведения анализа образца рекомендуется делать анализ стандартного образца титана через постоянные интервалы времени для мониторинга смещения при валидации исходной калибровки.

6.6 Расчет

Массовую долю кислорода в пробе для анализа, W_O , выраженную в процентах, определяют по формуле (4).

$$W_O = [(A_1 - A_2) \times F \times 100/m] \times 10^{-3} \quad (4)$$

где

- A_1 сигнал считывания анализатора при анализе образца;
- A_2 среднее значение сигнала считывания анализатора при контрольном опыте;
- F коэффициент эквивалентности кислорода сигнала считывания анализатора, выраженный в мг;
- m масса пробы для анализа, выраженная в г.

ПРИМЕЧАНИЕ Большинство современного оборудования для плавления дает результаты непосредственно в процентах кислорода, так что обычно не требуется проводить расчеты после анализа.

Расхождение между результатами двух параллельных определений массовой доли кислорода в одном и том же образце не должно превышать допустимого предела [формула (5), (6) или (7)]. Если расхождение превышает этот допустимый предел, анализ должен быть повторен.

7 Прецизионность

Допустимый предел этого аналитического метода выражается следующими формулами:

Внутрилабораторный предел повторяемости

$$2,8 \times [0,004 8 \times (W_O) + 0,001 5] \% \text{ (массовая доля)} \quad (5)$$

Внутрилабораторный предел воспроизводимости

$$2,8 \times [0,014 \times (W_O) + 0,000 5] \% \text{ (массовая доля)} \quad (6)$$

Межлабораторный предел воспроизводимости

$$2,8 \times [0,017 1 \times (W_O) + 0,001] \% \text{ (массовая доля)} \quad (7)$$