

СССР

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

**КОНТРОЛЬ ЗАЛИТНОЙ СРЕДЫ
ПРИ СВАРКЕ ДЕТАЛЕЙ ИЗ
ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ**

ОСТ 1.42172 -83

Издание официальное



Утверждено организацией-изготовителем

№ 16 от 12 1983 г.

Согласовано с ГОС

Верно: *[Signature]* E21.791.5.002.56

*Создан
из проекта
04-35/1327 от 16 12 83
Министр В. П. Д. С. Р.
св. 614-11910.3011.83*

В09

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

Контроль защитной среды
при сварке деталей из
титановых сплавов

ОСТ I.42172 -83

Взамен АН 2302

Распоряжением Министерства

от 25.12. 1983 г. № 087-16

срок введения установлен

с 1 января 1985 г.

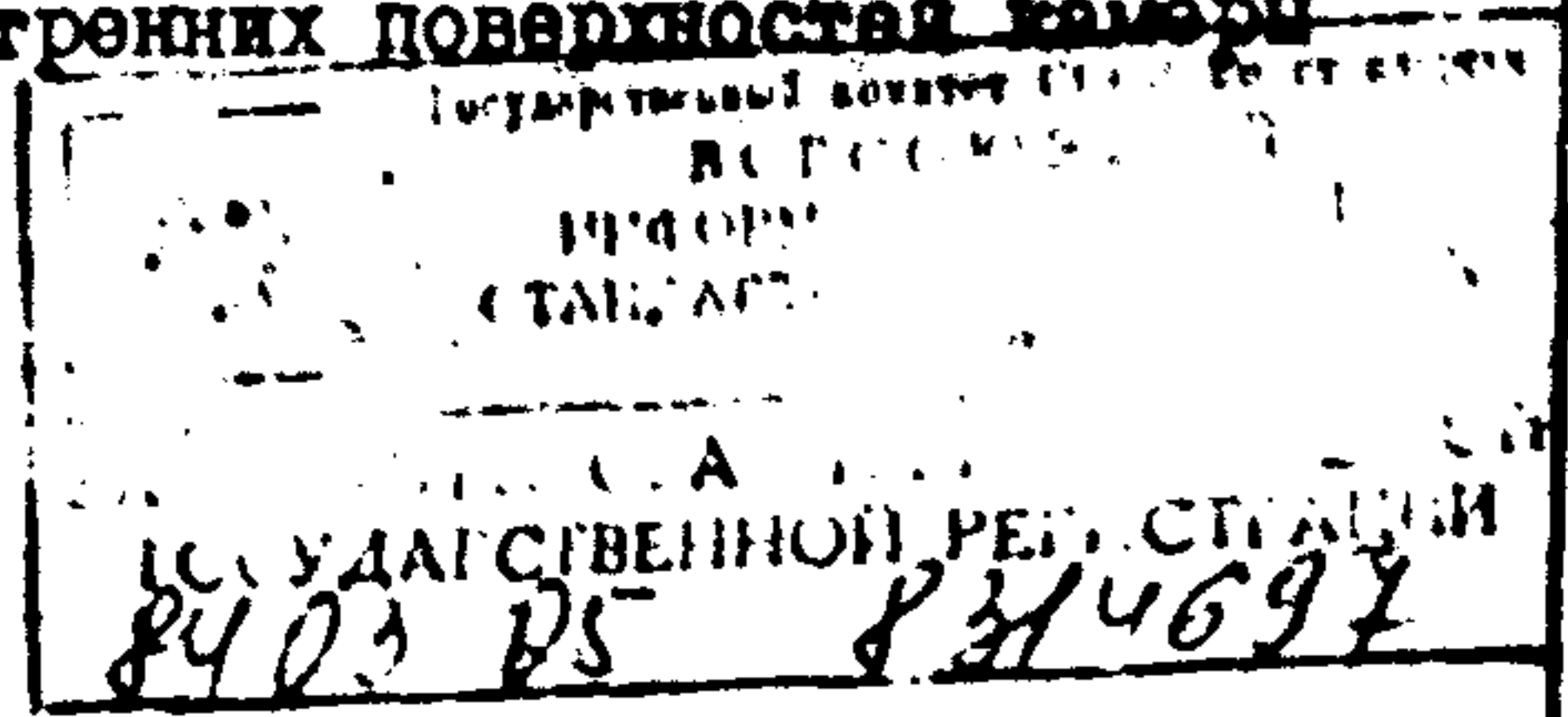
Настоящий стандарт устанавливает принципиальную схему установки и порядок контроля содержания водорода, кислорода, азота и влаги /примесей/ в защитной атмосфере сварочной камеры.

Стандарт распространяется на камеры, предназначенные для сварки деталей из титановых сплавов в среде аргона.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Содержание примесей в защитной атмосфере сварочной камеры с момента напуска аргона в камеру и в процессе сварки непрерывно меняется за счет следующих процессов:

десорбции газов и влаги с внутренних поверхностей камеры и поверхностей деталей;



переплава основного и присадочного материала.

Сварка может продолжаться в защитной атмосфере, содержащей:

водорода - 0,001 % об,
кислорода - 0,003 % об,
азота - 0,01 % об,
влаги - 0,00003 кг/м³.

Для определения работоспособности камеры необходим контроль содержания примесей в аргоне в процессе сварки.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

2.1. Для определения примесей водорода, кислорода и азота в аргоне применять газохроматографический метод, а для определения влаги - кулонометрический.

2.2. Газохроматографический метод анализа заключается в разделении пробы на составные компоненты в результате её распределения между неподвижным слоем/сорбентом/ и потоком газ-носителя, фильтрующимся через сорбент. Сорбент подбирается таким образом, чтобы скорость движения компонентов анализируемой смеси вдоль колонки с сорбентом в силу разности их коэффициентов адсорбции были различны.

В результате различной скорости происходит разделение компонентов смеси во время её продувки газом-носителем через хроматографическую колонку. Разделенные компоненты выходят из колонки в виде бинарной смеси и определяются детектором по теплопроводности, в силу того, что теплопроводности газов различны, и регистрируются самоиндуцирующим потенциометром в виде отдельных пиков, высота которых характеризует количество компонентов.

2.3. Кулонометрический метод определения влаги заключается в том, что через чувствительные элементы прибора/кулонометрического измерителя влажности газов/ пропускается газ, расход которого поддерживается строго постоянным.

Между электродами чувствительных элементов нанесена пленка частично гидротированной пентаоксида фосфора. Влага полностью извлекается из газа, соединяется с веществом пленки, образуя раствор фосфорной кислоты с высокой удельной проводимостью. К электродам чувствительных элементов подключен источник напряжения постоянного тока. Величина напряжения превышает потенциал разложения воды на столько, что одновременно с поглощением влаги идет её электролиз. В установившемся режиме количество поглощенной и разложенной влаги в единицу времени равно и ток электролиза является точной мерой концентрации влаги в анализируемом газе.

3. АППАРАТУРА

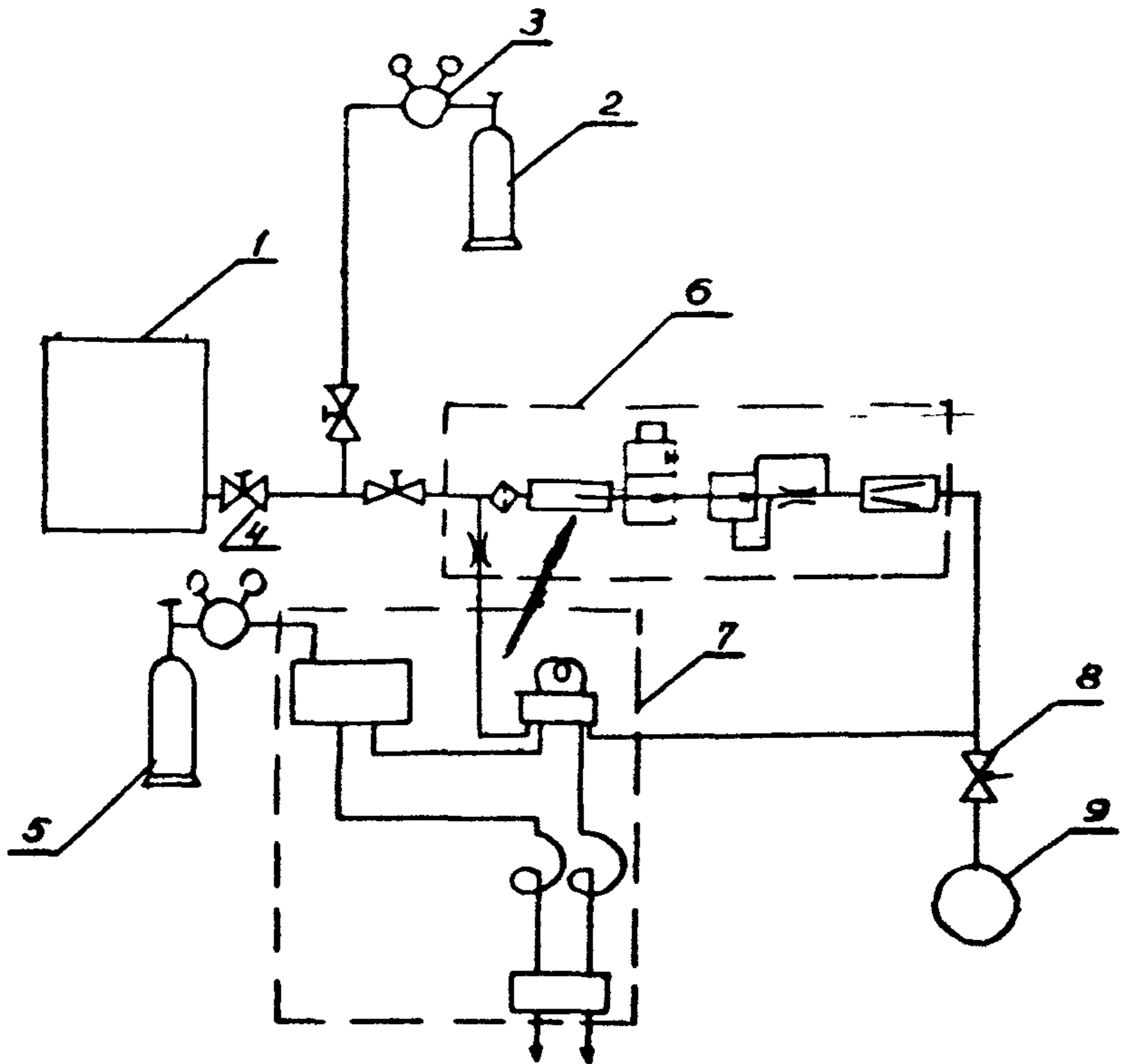
3.1. Примеси в аргоне сварочной камеры определять на установке, принципиальная схема которой приведена на черт.

3.2. В установке использовать приборы и изделия отечественного производства.

3.2.1. Для анализа водорода, кислорода и азота использовать хроматограф ДХМ-8МД / I модель / или любой другой хроматограф с детектором по теплопроводности, ГОСТ 24313-80.

3.2.2. Для определения содержания влаги в аргоне использовать кулонометрический измеритель влажности газов типа "Байкал".

3.2.3. Компрессор типа КМ6 или другое устройство, позволяющее осуществлять прокачку аргона из сварочной камеры через при-



1. Сварочная камера
2. Баллон с аргоном
3. Редуктор
4. Вакуумный вентиль Ду 25
5. Баллон с газом-носителем
6. Влажомер типа "Байкал"
7. Хроматограф ДХМ-8МЦ
8. Ротаметр РС-3А
9. Механический вакуумный насос

черт.

борн с расходом $q = \frac{V}{\tau}$ м³/ч,

где V - объем коммуникаций от камеры до приборов, м³;

τ - время между вводами пробы аргона в хроматограф, ч.

4. МАТЕРИАЛЫ И ПРИСПОСОБЛЕНИЯ

4.1. Аргон особой чистоты, ТУ-6-21-12-79.

4.2. Цеолит СаХ, МРТУ 6-09-6230-69.

4.3. Трубка Х18Н10Т/Х18Н9Т/ - внутренний диаметр 5 мм, ГОСТ 9941-81.

4.4. Редуктор высокого давления для аргона, ГОСТ 1386-68.

4.5. Секундомер, ГОСТ 5072-72.

4.6. Линейка металлическая, ГОСТ 427-75.

4.7. Вакуумный вентиль Ду 25.

4.8. Ключ гаечный 32x36, ГОСТ 2839-80.

ПРИМЕЧАНИЯ:

1. Вместо цеолита СаХ допускается применять цеолит NaX.

2. Вместо аргона особой чистоты допускается применять в качестве газа-носителя аргон другого сорта, не уступающий по чистоте аргону особой чистоты.

5. ОТБОР ПРОБЫ

5.1. Пробу аргона из камеры отбирать через трубку из нержавеющей стали внутренним диаметром 5 мм.

5.2. Анализ влажности аргона в камере производить непрерывно в течение сварки.

5.3. Анализ содержания водорода, кислорода и азота производить после напуска аргона в камеру до начала сварки.

Периодичность контроля определяется процессом сварки.

5.4. Отбор пробы осуществлять из зоны вблизи от свариваемой детали, на одном с ней уровне.

6. ПРОВЕДЕНИЕ КОНТРОЛЯ

6.1. Подготовить установку к работе в соответствии с приложением I.

6.2. Замерить влажность аргона в сварочной камере:

закрывать вентиль В2;

открыть вентиль В1 отбора аргона из сварочной камеры;

включить компрессор или другое приспособление для отбора аргона из камеры для анализа;

открыть вентиль В5.

6.3. Определить содержание водорода, кислорода и азота в аргоне сварочной камеры:

выдвинуть шток-дозатора на аналитическом блоке хроматографа и пропустить петлю в течение $\tau = 5 \frac{V}{q}$, где

V - объем коммуникаций от камеры до приборов, м^3 ;

q - расход аргона через приборы, $\text{м}^3/\text{ч}$;

закрывать вентиль В5;

ввести пробу аргона, переместив шток крана-дозатора;

открыть вентиль В5;

записать хроматограмму: хроматографические пики выходят в следующей последовательности: водород, кислород и азот.

Операции, указанные в п.6.3 повторить не менее трех раз.

6.4. Частота анализа определяется характером проводимой работы, т.е. режимом сварки, и производится не реже, чем через три часа.

6.5. Результаты анализа содержания примесей в аргоне сварочной камеры предъявлять контролеру БТК цеха.

7. РАСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

7.1. Замерить высоту хроматографического пика металлической линейкой с точностью 5,0 мм.

7.2. По градуировочному графику $C_i = f(h_i)$ определить содержание примесей в аргоне сварочной камеры.

7.3. Расчет содержания примесей можно производить по формуле:

$$C_i = \frac{h_i}{h_i^{ст}} C_i^{ст} \quad , \text{ где}$$

C_i - содержание i -го компонента в аргоне сварочной камеры, % объемные;

$C_i^{ст}$ - содержание i -го компонента в эталонной смеси, % объемные;

h_i - высота хроматографического пика i -го компонента при анализе аргона сварочной камеры, м;

$h_i^{ст}$ - высота хроматографического пика i -го компонента при анализе эталонной смеси, м.

При калибровке хроматографа по чистым газам расчет результатов проводить по формуле:

$$C_i = \frac{h_i}{h_i^{к}} \cdot \frac{V_i^{к}}{V_d} \cdot 100 \quad , \text{ где}$$

$V_i^{к}$ - объем i -го газа, введенный при калибровке, м³;

V_d - объем дозирующей петли крана-дозатора при анализе аргона из сварочной камеры, м³;

$h_i^{к}$ - высота хроматографического пика i -го газа при калибровке по чистым газам, м;

h_i - высота хроматографического пика i -го газа при анализе аргона из сварочной камеры, м.

Калибровку хроматографа проводить в соответствии с приложением 2.

7.4. Пороговая чувствительность составляет:

водород - 0,00005 % об,

кислород - 0,001 % об,

азот - 0,003 % об.

Относительная погрешность 20 %.

Относительная погрешность измерения влажности не превышает $\pm 10\%$ на диапазонах 0 - 10ppm, 0 - 20ppm и $\pm 5\%$ на остальных диапазонах.

8. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

8.1. Требования к обслуживающему персоналу.

8.1.1. К контролю содержания примесей в защитной среде сварочной камеры в процессе сварки допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие специальное обучение в соответствии с ГОСТ 12.0.004-79 и "Положения о порядке проведения инструктажа и обучения по технике безопасности и производственной санитарии рабочих и инженерно-технических работников и служащих на предприятиях и в организациях отрасли ЦИ-165, от 16.10.72 г.

8.1.2. Лицо, допущенное к работе на установке для контроля защитной атмосферы должно иметь квалификационную группу по электробезопасности не ниже II.

8.1.3. Лицо, работающее на установке, должно иметь допуск для работы с сосудами под давлением.

8.1.4. Работник должен быть обеспечен спецодеждой в соответствии с типовыми нормами бесплатной выдачи рабочим и служащим

и служащим спецодежды, спецобуви и других средств индивидуальной защиты, утвержденные ВЦСПС и Госкомтрудом.

8.2. Требования по размещению, монтажу и эксплуатации установки для контроля защитной среды.

8.2.1. Приборы установки должны быть размещены в помещении, удовлетворяющем требованиям ГОСТ 12.1.003-76, ГОСТ 12.1.005-76, ГОСТ 12.1.012-78, СНиП IIA.9-76, СНиП IIA.8-72, СНиП II.92-76, СН 245-71.

8.2.2. Приборы должны быть заземлены в соответствии с ГОСТ 12.1.030-81.

8.2.3. Баллоны с газом-носителем должны быть размещены в соответствии с требованиями "Правил устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением" (с изменениями и дополнениями), утвержденными Госгортехнадзором СССР.

8.2.4. При монтаже и эксплуатации установки должны выполняться Правила устройства электроустановок, утвержденные техуправлением по эксплуатации энергосистем МЭС, Госэнергонадзором СССР;

Временные правила пожарной безопасности для объединений, предприятий и организаций отрасли, утвержденные Министерством;

Типовые правила пожарной безопасности для промышленных предприятий, утвержденных ГУПО МВД СССР;

Правила безопасности труда при выполнении сварочных работ, разработанные НИАТом и утвержденные Министерством, согласованные с ЦК профсоюзов;

Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденные Госэнергонадзором СССР;

Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

9. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

1. Лабораторный газо-жидкостной хроматограф ЛХМ-8МД предназначен для анализа различных смесей газов.

Хроматограф устанавливается в помещении с температурой воздуха от $+10^{\circ}\text{C}$ до $+35^{\circ}\text{C}$, относительной влажности до 80 %, содержащих агрессивные пары и газы, рентгеновское и β -излучение в пределах санитарных норм СН-245-63.

Газ-носитель гелий, азот, аргон.

Нижний предел чувствительности / по пропану / на катарометре при газе-носителе гелии 0,003 % об.

Постоянная времени усилителя 0,5 с.

Расход газа-носителя от 10 до 100 мл/мин.

Температурный режим колонок и катарометра $+40 \dots +300^{\circ}\text{C}$.

Колонки из нержавеющей стали.

Питание прибора от сети переменного тока $220 \pm 10\%$ В, 50 Гц.

Потребляемая мощность 1,5 кВт.

Вторичный регистрирующий прибор КСП-4:

диапазон шкалы 0 ... 1,0 мВ;

время пробега каретки с пером 1 с.

2. Гигрометр кулонометрический БАЙКАЛ предназначен для измерения объемной доли влаги путем полного извлечения ее из дозируемого потока анализируемого газа и последующего электролиза в чувствительном элементе.

Содержание механических загрязнений в газе не более $0,05 \text{ мг/м}^3$

Содержание паров и аэрозолей масел не более $0,1 \text{ мг/м}^3$.

Температура анализируемого газа от минус 10 до $+50^{\circ}\text{C}$.

Прибор предназначен для работы в помещениях с температурой воздуха от $+5$ до $+50^{\circ}\text{C}$ при давлении от 99,66 до $104,66 \text{ кПа}$

Номинальный расход анализируемого газа через чувствительный элемент при температуре воздуха + 20°С и давлении атмосферном 101,3 кПа 50 см³/мин.

Суммарный расход газа через гигрометр не более 3000 см³/мин.

Питание прибора от сети переменного тока 220 В, 50 Гц.

Потребляемая мощность не более 50 Вт.

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Обязательное

ПОРЯДОК РАБОТЫ НА УСТАНОВКЕ

I. Подготовка установки к работе.

I.1. Подготовку приборов, используемых в установке для контроля чистоты аргона в сварочной камере, проводить в соответствии с техническими описаниями и инструкциями по эксплуатации этих приборов.

I.2. Подготовка хроматографа.

I.2.1. Режим работы хроматографа ДХМ-8МЦ (I модель) представлен в таблице:

Таблица

Наименование	!	Показатель
Газ-носитель		аргон
Температура термостата		+20 ... +40°C
Ток детектора		80 ... 100 мА
Расход газа-носителя		не более 10 см ³ /мин
Длина колонок		3 м
Сорбент		CaX или NaX , размер гранул - 0,25 ... 0,63 мм
Объем вводимой пробы		не менее 3 см ³

I.2.2. Проверить правильность соединения газовой и электрической схемы приборов.

I.2.3. Проверить надежность заземления приборов.

I.2.4. Открыть вентиль баллона с газом-носителем и установить давление на выходе из редуктора 5×10^5 Па (5 кгс/см²)

1.2.5. Проверить расход газа-носителя через обе колонки.

Расход контролируется с помощью пенного расходомера, подсоединяемого к выходу из колонок, и секундомера. Регулируется расход вентилями тонкой регулировки расхода газа, расположенными на передней стенке блока подготовки газа. Следует иметь в виду, что постоянный расход газа через колонку устанавливается через 2-3 мин.

1.2.6. Установить задатчиком необходимую температуру термостата аналитического блока.

1.2.7. Включить тумблеры СЕТЬ на верхней крышке термостата и на блоке питания детектора, при этом должен вращаться вентилятор термостата.

1.2.8. Включить вторичный прибор КСП-4.

1.2.9. Ручки ГРУБО и ШАВНО на блоке питания детектора установить в крайнее левое положение.

1.2.10. Включить тумблер ПИТАНИЕ ДЕТЕКТОРА.

1.2.11. Установить необходимый ток детектора с помощью ручки ТОК ДЕТЕКТОРА, контролируя его величину по миллиамперметру.

ВНИМАНИЕ! Включить блок питания детектора только после включения потока газа-носителя.

1.2.12. Через 20-30 минут после включения блока питания детектора при постепенном переключении переключателя МНОЖИТЕЛЬ ШКАЛЫ с грубой на более чувствительную шкалу установить указатель КСП-4 в нулевое положение ручками установки нуля ГРУБО и ШАВНО.

1.2.13. Включить диаграмму КСП-4 и записать нулевую линию при положении переключателя МНОЖИТЕЛЬ ШКАЛЫ -X1. При отсутствии смещения нулевой линии считается, что хроматограф готов к проведению анализа.

1.3. Подготовить к работе кулонометрический измеритель влаж-

ности газов.

1.3.1. Проверить исходное положение переключателей:
 тумблер СЕТЬ - в положении ВЫКЛ;
 переключатель СУШКА-ИЗМЕРЕНИЕ - в положении СУШКА;
 переключатель диапазонов измерения - в положении Х10;
 вилки-переключки ПОВЕРКА и ИМИТАТОР - в своих гнездах..

1.3.2. Тумблер СЕТЬ перевести в положение ВКЛ.

1.3.3. Включить самопишущий потенциометр.

1.3.4. Через 10-15 минут открыть вентиль подачи аргона от баллона к измерителю влажности.

1.3.5. Измерить с помощью пенного расходомера расход анализируемого газа через чувствительный элемент и при необходимости отрегулировать его в соответствии с инструкцией по эксплуатации применяемого прибора.

1.3.6. Переключатель СУШКА-ИЗМЕРЕНИЕ установить в положение ИЗМЕРЕНИЕ после установления показания самопишущего потенциометра в пределах первой трети шкалы.

1.3.7. Установить переключатель диапазонов в положение, при котором показания потенциометра были бы в пределах второй трети шкалы.

1.3.8. Проверить работоспособность чувствительного элемента, для чего нажать кнопку КОНТРОЛЬ. Показания прибора в режиме КОНТРОЛЬ должны удовлетворять неравенству

$$V_K \leq 0,19 V_T + 1/3 V_\Phi, \text{ где}$$

V_K - показания прибора в режиме КОНТРОЛЬ;

V_T - показания прибора в режиме ИЗМЕРЕНИЕ;

V_Φ - фоновый выходной сигнал прибора.

При невыполнении указанного неравенства произвести замену

или регенерацию чувствительного элемента в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

2. После окончания работы выключить установку в следующей последовательности:

2.1. Выключить измеритель влажности:

переключатель СУШКА - ИЗМЕРЕНИЕ установить в положение СУШКА;

тумблер СЕТЬ установить в положение ВЫКЛ;

выключить самопишущий потенциометр.

2.2. Закрывать вентиль отбора пробы аргона из сварочной камеры.

2.3. Отключить устройство принудительного отбора пробы аргона из камеры для анализа.

2.4. Выключить хроматограф:

повернуть ручку ТОК ДЕТЕКТОРА против часовой стрелки до отказа;

выключить тумблер ПИТАНИЕ ДЕТЕКТОРА;

выключить тумблер СЕТЬ на блоке управления;

выключить тумблер СЕТЬ на крышке аналитического блока хроматографа;

выключить самопишущий потенциометр;

закрывать вентиль на баллоне с газом-носителем;

перекрывать выход газа-носителя из колонок.

С целью уменьшения времени выхода прибора на рабочий режим при ежедневной работе прибора, можно снизить давление газа-носителя до $0,5 \times 10^5$ Па и оставить хроматограф на продувке.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Обязательное

КАЛИБРОВКА ХРОМАТОГРАФА

1. Проверку основных параметров прибора проводить в соответствии с указаниями инструкции по эксплуатации прибора соответствующим подразделением предприятия.

2. Калибровку проводить при замене баллона с газом-носителем и после длительного перерыва в работе установки / 3 месяца /.

3. Калибровку проводить для количественного определения примесей водорода, кислорода и азота в аргоне и заключается в анализе нескольких эталонных газовых смесей, содержащих различные но известные концентрации водорода, кислорода и азота в аргоне.

По результатам анализа построить график зависимости высоты или площади хроматографического пика указанных примесей от их содержания в смеси.

Калибровку необходимо начинать со смесей с большей концентрацией примесей. Каждую эталонную смесь анализировать 5-7 раз, при этом замерять:

время выхода каждого компонента;

высоту или площадь пика каждого компонента.

Время выхода каждого компонента записывать в журнал проведения анализа и проверять при анализе чистоты аргона в процессе сварки. Изменение времени выхода компонентов свидетельствует о необходимости регенерации сорбента, находящегося в колонках.

При калибровке зафиксировать температуру и давление в помещении. Если при проведении анализа чистоты аргона в камере указанные условия отличаются от условий при которых проводилась калибровка, то результаты, полученные при анализе чистоты аргона

необходимо умножить на коэффициент К:

$$K = \frac{T_a \cdot P_a}{T_k \cdot P_k}, \quad \text{где}$$

P_a - давление при проведении анализа, Па;

P_k - давление при калибровке, Па;

T_a - температура при проведении анализа, °К;

T_k - температура при калибровке, °К.

4. Допускается проводить калибровку хроматографа по чистым газам: водороду, кислороду, азоту. Калибровку при этом проводить по нескольким / не менее трех / объемам дозирующей петле крана-дозатора.

Расчет концентрации для построения графика при этом проводить по формуле:

$$C_i = \frac{V_i^k}{V_g} \cdot 100, \quad \% \text{ объемные, где}$$

V_i^k - объем дозирующей петли при калибровке, м³;

V_g - объем дозирующей петли при анализе, м³.

