

DIN EN 3976

ICS 49.025.30

**Luft- und Raumfahrt –
Titan und Titanlegierungen – Prüfverfahren – Chemische Analyse zur
Bestimmung des Wasserstoffgehaltes;
Deutsche und Englische Fassung EN 3976:2006**

Aerospace series –

Titanium and titanium alloys – Test method – Chemical analysis for the determination of hydrogen content;

German and English version EN 3976:2006

Série aérospatiale –

Titane et alliages de titane – Méthode d'essai – Analyse chimique pour détermination de la teneur en hydrogène;

Version allemande et anglaise EN 3976:2006

Gesamtumfang 26 Seiten

Normenausschuss Luft- und Raumfahrt (NL) im DIN

Nationales Vorwort

Die Europäische Vereinigung der Hersteller von Luft- und Raumfahrtgerät (AECMA) ist vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) für zuständig erklärt worden, Europäische Normen (EN) für das Gebiet der Luft- und Raumfahrt auszuarbeiten. Durch die Vereinbarung vom 3. Oktober 1986 wurde AECMA Assoziierte Organisation (ASB) des CEN.

Die vorliegende Norm EN 3976 wurde von ASD-STAN, Fachbereich Metallische Werkstoffe, unter Mitwirkung deutscher Experten des Normenausschusses Luft- und Raumfahrt erarbeitet.

Entsprechend Beschluss 57/9 des Technischen Ausschusses des Beirats des Normenausschusses Luft- und Raumfahrt (NL) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. sind die europäischen Luft- und Raumfahrt-Normungsergebnisse zweisprachig, in Deutsch und Englisch, in das Deutsche Normenwerk zu überführen. Aus diesem Grund wurde der Deutschen Fassung dieser EN-Norm die Englische Fassung hinzugefügt.

Deutsche Fassung

**Luft- und Raumfahrt — Titan und Titanlegierungen —
Prüfverfahren — Chemische Analyse zur Bestimmung des
Wasserstoffgehaltes**

Aerospace series — Titanium and titanium alloys — Test
method — Chemical analysis for the determination of
hydrogen content

Série aérospatiale — Titane et alliages de titane —
Méthode d'essai — Analyse chimique pour détermination
de la teneur en hydrogène

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. Oktober 2006 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Begriffe	5
4 Gesundheit und Sicherheit	5
5 Kurzbeschreibung	5
6 Prüfanordnung	6
7 Prüfbericht.....	10
Anhang A (informativ) Festkörper-Vakuumheißextraktionsverfahren.....	11

Vorwort

Dieses Dokument (EN 3976:2006) wurde vom Verband der Europäischen Luft-, Raumfahrt- und Verteidigungsindustrie – Normung (ASD-STAN) erstellt.

Nachdem Umfragen und Abstimmungen entsprechend den Regeln dieses Verbandes durchgeführt wurden, hat diese Norm die Zustimmung der nationalen Verbände und offiziellen Behörden der Mitgliedsländer der ASD erhalten, bevor sie CEN vorgelegt wurde.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2007 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Diese Norm gehört zu der Reihe von EN-Normen über metallische Werkstoffe für Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt. Die allgemeine Gliederung dieser Normenreihe ist in EN 4258 beschrieben.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt die Anforderungen an die chemische Analyse zur Bestimmung des Wasserstoffgehaltes von Titan und Titanlegierungen für Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt unter Verwendung des Wärmeleitfähigkeits-Inertgasschmelzverfahrens fest.

Dieses Verfahren bezieht sich auf Wasserstoffgehalte von mehreren Mikrogramm je Gramm bis zu mehreren hundert Mikrogramm je Gramm.

Sie ist anzuwenden, wenn in den Technischen Lieferbedingungen oder der Werkstoffnorm auf sie verwiesen wird, falls nicht anders in der Zeichnung, Bestellung oder Prüfanweisung angegeben.

ANMERKUNG Das bei der Regelprüfung nicht angewandte absolute Verfahren besteht in der Festkörper-Vakuum-heißextraktion mit anschließendem Messen von Volumen und Druck. Aufgrund seiner Komplexität ist es im Anhang A nur in zusammengefasster Form angegeben.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO Guide 30:1992, *Terms and definitions used in connection with reference materials*

ISO Guide 31, *Reference materials — Contents of certificates and labels*

ISO Guide 35, *Reference materials — General and statistical principles for certification*

EN 2003-10, *Luft- und Raumfahrt — Titan und Titanlegierungen — Prüfverfahren — Teil 10: Probenentnahme für die Bestimmung des Wasserstoffgehaltes* ¹⁾

EN 4258, *Luft- und Raumfahrt — Metallische Werkstoffe — Allgemeine Gliederung der Normung — Verknüpfung der Arten von EN-Normen und ihre Anwendung*

EN 4259, *Luft- und Raumfahrt — Metallische Werkstoffe — Definition allgemeiner Begriffe* ¹⁾

1) Veröffentlicht als ASD-Vornorm zum Zeitpunkt der Herausgabe dieser Norm.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

allgemeine Begriffe

Definitionen siehe EN 4259

3.2

zertifizierte Referenzmaterialien

C. R. M.

Definitionen siehe ISO Guide 30

4 Gesundheit und Sicherheit

Grundausrüstung, Probestücke, Proben, Prüfmittel, Prüfgeräte und Prüfverfahren müssen den geltenden Gesundheits- und Sicherheitsvorschriften/-gesetzen der Länder entsprechen, in denen die Prüfung durchgeführt werden soll.

Werden Mittel und/oder Reagenzien spezifiziert, die eine Gefährdung für die Gesundheit darstellen können, müssen im Einklang mit den örtlichen Vorschriften und/oder Gesetzen geeignete Vorsichtsmaßnahmen getroffen werden.

5 Kurzbeschreibung

5.1 Allgemeines

Die Prüfung besteht in der thermischen Zersetzung der in Titan und Titanlegierungen vorhandenen hydrierten Verbindungen (meist in Form von Metallhydriden).

Der entgaste Wasserstoff wird in einem Inertträgergasstrom in einen Detektor (Wärmeleitfähigkeits-Messzelle) geführt, mit der der Wasserstoffgehalt quantitativ bestimmt werden kann (Vergleichsmessung).

Es gibt zwei Extraktionsarten, je nachdem ob ein Schmelzflussmittel verwendet wird oder nicht (Tabelle 1).

Tabelle 1

Verfahren	Extraktionsart	Temperatur	Trägergas
1	mit Flussmittel	1 800 °C	Stickstoff oder Argon
2	ohne Flussmittel	2 100 °C	Argon

5.2 Verfahren 1

Das Schmelzflussmittel ist zur Verflüssigung des Gemisches (zur leichteren Gasextraktion) und zur Verhinderung der möglichen Nitridbildung bestimmt. Der Schmelzvorgang erfolgt in einem Graphittiegel bei einer Temperatur von etwa 1 800 °C:

- entweder in Stickstoffträgergas, das es ermöglicht, den Stickstoff in der Probe mit dem Kohlenmonoxid zu vernachlässigen, das zusammen mit dem Stickstoff einen sehr geringen Unterschied in der Leitfähigkeit aufweist. (Der Kohlenstoffüberschuss und die Temperatur, bei der das Schmelzen erfolgt, verhindert die Kohlendioxidbildung; es muss jedoch ein Mittel zum Auffangen geringer Mengen dieses möglicherweise vorhandenen Gases vorgesehen werden, indem man z. B. ein Molekularsieb verwendet);

- oder in Argonträrgas, das die Nitridbildung verhindert und eine höhere Empfindlichkeit ergibt, da Argon im Vergleich zu Wasserstoff einen größeren Unterschied in der Leitfähigkeit aufweist. Ein Abscheiden von Stickoxid und Kohlenoxid ist erforderlich sowie, bei Verwendung eines Hochfrequenzofens, eine angepasste Frequenz, um Entladungen durch Ionisierung zu vermeiden.

5.3 Verfahren 2

Der Schmelzvorgang erfolgt in einem Graphittiegel bei einer Temperatur von etwa 2 100 °C und ist in Argonträrgas (Stickstoff würde in diesem Fall Nitridbildung verursachen) durchzuführen.

6 Prüfanordnung

6.1 Grundausrüstung

6.1.1 Geräte

Es gibt Geräte in zahlreichen Baumustern, die jedoch im Allgemeinen alle folgenden Elemente enthalten:

- Vorrichtung zum Einführen der Proben;
- Heizvorrichtung (Induktionsofen oder Widerstandsofen);
- Trärgas-Spülsystem;
- Anlage zum Abscheiden von Gasen (falls erforderlich);
- Wärmeleitfähigkeits-Messzelle.

Wenn ein Hochfrequenzofen mit Argonträrgas verwendet wird, muss die Frequenz angepasst werden, um Entladungen durch Ionisierung zu vermeiden.

6.1.2 Materialien und Reagenzien

6.1.2.1 Zertifizierte Referenzmaterialien (Titanlegierung mit zertifiziertem Wasserstoffgehalt)

Nach ISO Guide 31 und 35 sollten diese zertifizierten Referenzmaterialien (C. R. Ms.) von einer Zertifizierungsstelle hergestellt werden, mit nachgewiesenen Verfahren auf SI-Einheiten rückverfolgbar und mit einem Zeugnis ausgestattet sein.

Der Wert des zertifizierten Wasserstoffgehaltes muss eine Unsicherheit mit festgelegtem Vertrauensniveau aufweisen.

6.1.2.2 Reagenzien

Bei der Analyse dürfen nur Reagenzien anerkannter analytischer Qualität verwendet werden.

- Salpetersäure, $\rho_{20} = 1,38 \text{ g/ml}$;
- Flusssäure, 40%ige wässrige Lösung, $\rho_{20} = 1,13 \text{ g/ml}$;
- 95 Volumenanteil % oder 96 Volumenanteil % Ethylalkohol;
- Zinngranulat als Schmelzflussmittel;
- Absorptionsreagenzien, Trennsäulen nach den Angaben des Geräteherstellers;