МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Методы определения кислорода

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.5—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 9853.5—79

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Методы определения кислорода

Sponge titanium.
Methods for determination of oxygen

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения кислорода в губчатом титане по ГОСТ 17746 методами нейтронной активации (при массовой доле кислорода от 0,02 % до 0,12 %) и методом восстановительного плавления в токе инертного газа-носителя (при массовой доле кислорода от 0,005 % до 0,36 %).

Метод нейтронной активации основан на использовании ядерной реакции O^{16} (n, p) N^{16}. Содержание кислорода определяют сравнением активности анализируемой пробы с активностью контрольного образца.

Метод восстановительного плавления в токе инертного газа-носителя основан на восстановительном плавлении образцов в токе азота или аргона с последующим определением выделившегося оксида углерода путем измерения поглощения в инфракрасной области спектра.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 2179—75 Проволока из никеля и кремнистого никеля. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 2789—73 Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 29298—92 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

Издание официальное

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю кислорода определяют: методом восстановительного плавления в токе инертного газа-носителя по двум навескам; методом нейтронной активации по двум измерениям в одном образце.

4 Нейтронно-активационный метод

4.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Установка для определения содержания кислорода с генератором нейтронов энергии 14 МэВ, имеющим поток не менее 10^8 нейтр/с.

Контрольные образцы из полиметилметакрилата $(C_5H_8O_2)_n$ или другого кислородсодержащего вещества с постоянным и известным стехиометрическим составом. В материале контрольного образца должны отсутствовать примеси фтора, бора, плутония и урана.

С целью уменьшения механического износа контрольного образца и транспортной системы допускается помещать образцы в транспортные контейнеры. Геометрические размеры образцов должны соответствовать внутренним размерам применяемых транспортных контейнеров. Транспортные контейнеры изготовляют из материала с низким содержанием кислорода. Массовая доля кислорода $C_к^O$, %, в материале транспортного контейнера не должна превышать значения, вычисленного по формуле

$$C_к^O = 0{,}67 \cdot \frac{0{,}02\, m_а}{m_к}, \qquad (1)$$

где $m_а$ — минимальная масса анализируемого образца, г;

$m_к$ — масса транспортного контейнера, г.

Материал транспортного контейнера не должен содержать примеси, мешающие определению кислорода (фтор, бор, плутоний, уран).

Внешние размеры транспортных контейнеров должны соответствовать размерам транспортной системы установки.

Весы с погрешностью взвешивания ± 0,01 г по ГОСТ 24104.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Этанол (спирт этиловый) ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Батист по ГОСТ 29298.

4.2 Порядок подготовки к проведению измерений

4.2.1 Подготовка пробы к анализу

Пробу для определения кислорода изготовляют из образца для определения твердости в виде цилиндра с геометрическими размерами, соответствующими транспортной системе установки. Параметр шероховатости обработанной поверхности *Ra* по ГОСТ 2789 — не более 2,5 мкм.

Образец взвешивают с погрешностью ± 0,01 г, протирают ацетоном, этанолом и высушивают на воздухе.

4.2.2 Подготовка аппаратуры к анализу

Подготовка аппаратуры к анализу проводится в соответствии с инструкцией по эксплуатации установки для определения содержания кислорода.

4.2.3 Измеряют естественный фон в каналах образца и монитора за время, равное времени измерения.

4.3 Порядок проведения измерений

Анализируемую пробу загружают в транспортную систему установки, задают время облучения и измерения, количество циклов облучение-измерение и запускают программу анализа. После выполнения программы анализа записывают количество зарегистрированных импульсов от анализируемой пробы $N_а$ и от контрольного образца $N_к$ или монитора $N_м$.

Время облучения, измерения и количество циклов определяются техническими характеристиками применяемой установки для определения кислорода.

Допускается проведение измерений и калибровку производить в соответствии с технической документацией на установку для определения кислорода.

4.4 Обработка результатов измерений

4.4.1 Массовую долю кислорода в анализируемой пробе при использовании двухканальной установки вычисляют по формуле

$$C = \frac{N_a'}{N_к'} \cdot \frac{K}{m_a} \cdot 100; \quad K = \frac{N_м'}{N_к'} \cdot m_0, \tag{2}$$

где N_a', $N_к'$ — количество зарегистрированных импульсов от анализируемой пробы и от контрольного образца за вычетом соответствующего фона;

K — градуировочный коэффициент, г;

m_a — масса анализируемой пробы, г;

$N_м'$ — количество зарегистрированных импульсов от образца для мониторирования в канале монитора за вычетом соответствующего фона;

$N_к'$ — количество зарегистрированных импульсов от контрольного образца для мониторирования в канале анализируемой пробы за вычетом соответствующего фона;

m_0 — масса кислорода в контрольном образце для мониторирования, который находится в канале анализируемой пробы, г.

4.4.2 Массовую долю кислорода в анализируемой пробе при использовании монитора, регистрирующего непосредственно нейтронный поток, вычисляют по формуле

$$C = \frac{N_a'}{N_м'} \cdot \frac{K}{m_a} \cdot 100; \quad K = \frac{N_м'}{N_к'} \cdot m_0, \tag{3}$$

где $N_м'$ — количество зарегистрированных импульсов от монитора за вычетом фона.

Примечание — При использовании монитора, регистрирующего непосредственно нейтронный поток, необходимо учитывать время пролета образца с позиции облучения на позицию измерения. В этом случае N_a' имеет следующий вид:

$$N_a' = N_a (1 + 0{,}1 \Delta t) - N_{ф.а}, \tag{4}$$

где Δt — время пролета, с;

$N_{ф.а}$ — естественный фон в канале анализируемой пробы.

4.4.3 В случае применения транспортных контейнеров массовую долю кислорода вычисляют по формуле

$$C = \frac{1}{m_a}\left[\frac{N_a'}{N_м'} \cdot K - C_к^{о}\ m_к - \rho_в\ C_в^{о} (V_к - V_a)\right], \tag{5}$$

где $C_к^{о}$, $C_в^{о}$ — массовые доли кислорода в материале транспортного контейнера и в воздухе, %;

$V_к$, V_a — объемы транспортного контейнера и анализируемой пробы, см^3;

$m_к$ — масса транспортного контейнера, г;

$\rho_в$ — плотность воздуха, равная $1{,}2 \cdot 10^{-3}$ г/см^3.

4.5 Допустимая погрешность измерений

4.5.1 Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух измерений (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля кислорода	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел точности измерений Δ
От 0,020 до 0,040 включ.	0,005	0,008	0,006
Св. 0,040 » 0,050 »	0,006	0,009	0,007
» 0,050 » 0,060 »	0,007	0,010	0,008
» 0,060 » 0,080 »	0,008	0,012	0,009
» 0,080 » 0,100 »	0,010	0,015	0,012
» 0,100 » 0,120 »	0,013	0,018	0,014

4.5.2 Проверку правильности результатов анализа проводят по стандартному образцу титана металлического ГСО № 2024. Допускается применение других государственных стандартных образ-

цов состава титана и титановых сплавов с аттестованной массовой долей кислорода от 0,02 % до 0,12 %.

Массовую долю кислорода в стандартном образце находят по двум определениям.

Результаты анализа считаются правильными, если расхождение между результатами измерений не превышает значения, приведенного в таблице 1 для аттестованного содержания кислорода в стандартном образце, а среднее значение полученного результата анализа отличается от аттестованного содержания кислорода в стандартном образце не более чем на значение 0,71 допускаемого расхождения между результатами анализа.

4.5.3 Метод применяют при разногласиях в оценке качества губчатого титана.

5 Метод восстановительного плавления в токе инертного газа-носителя

5.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Анализатор кислорода RO-116 «ЛЕКО» или аналогичный прибор, оснащенный печью импульсного нагрева и ИК датчиком.

Тигли графитовые, рекомендуемые фирмой — изготовителем анализатора, или аналогичные по размерам и свойствам материала.

Никель (проволока) по ГОСТ 2179 сечением 0,5—1,0 мм, нарезанная кусочками длиной 2—5 мм. Допускается использование листового никеля, нарезанного кусочками массой до 0,05 г.

Азот газообразный по ГОСТ 9293, входное давление в разводной линии 0,294 МПа.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157, входное давление в разводной линии 0,294 МПа.

Воздух сжатый, входное давление в разводной линии 0,294 МПа по ГОСТ 17433.

Олово гранулированное по действующему нормативному документу.

Этанол (спирт этиловый) ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Стандартные образцы состава титана по ГОСТ 8.315.

5.2 Порядок подготовки к проведению измерений

5.2.1 Подготовка пробы к анализу

Анализируемую пробу изготовляют токарной обработкой пробного слитка, полученного по ГОСТ 23780, в виде цилиндра. Масса пробы — не более 0,1 г. При вытачивании образцов титана допустимы следующие режимы механической обработки: линейная скорость резания 0,69—17,80 м/мин, подача 0,015—0,10 мм/об. Параметр шероховатости поверхности анализируемых образцов *Ra* не должен превышать 2,5 мкм по ГОСТ 2789. Не допускается охлаждение металла эмульсиями. Резцы и патрон предварительно обезжиривают промывкой в четыреххлористом углероде. Анализируемую пробу после токарной обработки промывают этанолом, сушат и хранят в эксикаторе или закрытом боксе.

5.2.2 Подготовка ванны к анализу

Поверхность никеля перед применением промывают в этаноле и сушат при комнатной температуре. При наличии оксидной пленки на поверхности никеля необходимо предварительное травление его в подогретой до температуры 333 К смеси уксусной, азотной и соляной кислот, взятых в отношении 3:1:0,5. После травления никель промывают водой, затем этанолом и сушат при комнатной температуре. Подготовленный таким образом никель хранят в эксикаторе и загружают в анализатор с помощью пинцета и шпателя.

5.2.3 Подготовка аппаратуры к анализу

Подготовку к работе и включение анализатора выполняют согласно инструкции по эксплуатации.

Устанавливают следующие параметры проведения процесса:

время дегазации — 20—30 с,

время анализа — 15—25 с,

время охлаждения — 20 с,

температура дегазации — (2323—2573) К,

температура анализа — (2173—2323) К.

Остальные рабочие параметры устанавливают согласно техническому описанию прибора.

В качестве рабочего газа используют азот. Допускается использование аргона.

5.2.4 Подготовка графитовых тиглей к анализу

Для проведения отжига тигля нажимают дважды на клавишу «Loader Control» прибора, открывают реактор и устанавливают на нижнем токовводе графитовый тигель открытым концом вверх. Переключатель режима работы ставят в положение «Manual». Нажимают на клавишу «Analyse». После завершения дегазации нажимают на клавишу «Reset» и потом на клавишу «Loader

Control». Пинцетом снимают с нижнего токоввода отдегазированный тигель и помещают в чистую сухую закрытую тару (хранение допускается в течение 2—3 сут).

При работе со стандартизированными тиглями, прошедшими отжиг в заводских условиях, допускается исключение описанной в настоящем разделе процедуры.

5.3 Порядок проведения измерений

5.3.1 Перед выполнением анализа проводят контрольный опыт. Для этого нажатием клавиш «Manual Weight», «0», «1», «Enter» искусственно вводят значение массы, соответствующее навеске анализируемой пробы (0,1 г). Нажимают на клавишу «Loader Control», гранулу олова массой примерно 0,2 г помещают в открывшийся шлюз печи.

В предварительно отдегазированный тигель помещают никель массой 1 г. Массовое соотношение титан — никель составляет 1:10. Допускаемое отклонение от указанного соотношения — не более 15 %.

Нажимают на клавишу «Loader Control» и размещают тигель с никелем на нижнем токовводе. Устанавливают переключатель режима работы в положение «Automatic», после чего нажимают на клавишу «Analyse».

После закрытия печи, образования и дегазации никелевой ванны в ванну автоматически сбрасывается гранула олова. Значение контрольного опыта считывают на табло и нажатием клавиши «Blank» вводят в расчетное устройство анализатора.

5.3.2 Пробу стандартного образца, подготовленную в соответствии с 5.2.1, взвешивают и нажатием клавиши «Enter» передают полученное значение массы (около 0,1 г) в расчетное устройство прибора.

Нажимают на клавишу «Loader Control», навеску образца и гранулу олова массой примерно 0,2 г помещают в открывшийся шлюз печи импульсного нагрева. Далее поступают, как указано в 5.3.1.

Количество выделившегося оксида углерода измеряют с помощью ИК детектора. Полученное значение содержания кислорода в стандартном образце автоматически вводится в расчетное устройство анализатора.

Содержание кислорода в стандартном образце определяют по пяти навескам.

5.3.3 Навеску пробы массой около 0,1 г взвешивают и нажатием клавиши «Enter» передают полученное значение в расчетное устройство анализатора. Далее поступают, как указано в 5.3.1.

Значение массовой доли кислорода в анализируемом образце, выраженное в процентах, считывают с табло прибора.

5.4 Обработка результатов измерений

Обработка результатов измерений производится прибором автоматически. Результат анализа в процентах высвечивается на табло.

5.5 Допустимая погрешность измерений

5.5.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля кислорода	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,005 до 0,010 включ.	0,003	0,005	0,004
Св. 0,010 » 0,020 »	0,004	0,006	0,005
» 0,020 » 0,040 »	0,005	0,008	0,006
» 0,040 » 0,050 »	0,006	0,009	0,007
» 0,050 » 0,060 »	0,007	0,011	0,008
» 0,060 » 0,080 »	0,008	0,012	0,010
» 0,080 » 0,100 »	0,010	0,015	0,012
» 0,100 » 0,120 »	0,013	0,018	0,015
» 0,120 » 0,360 »	0,040	0,060	0,048

5.5.2 Контроль точности результатов измерений проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

6 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295 : 546.21.06 : 006.354 МКС 77 120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение кислорода, метод нейтронной активации, метод восстановительного плавления в токе инертного газа-носителя

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *В Е Нестерова*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 15 02 2000 Подписано в печать 21 03 2000 Усл печ л 0,93
Уч -изд л 0,75 Тираж 206 экз С 4731 Зак 252

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru