

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

ГОСТ 9853.3—86

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. Н. Петрунько, В. В. Бигма, А. К. Огнева, Е. И. Шахина, В. И. Дрожжев, Н. Н. Шаповалова

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Зам. министра В. С. Устинов

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18 июня 1986 г. № 1544

УДК 669.295:546.26.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ
Метод определения углерода

Sponge titanium.
Method for determination of carbon

ГОСТ 9853.3—86

Взамен
ГОСТ 9853.3—79

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18 июня 1986 г. № 1544 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает кулонометрический метод определения углерода (при массовой доле углерода от 0,003 до 0,20%) в губчатом титане.

Метод основан на сжигании навески титана в токе кислорода с образованием двуокиси углерода, содержание которой определяют кулонометрическим методом.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—81.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Анализатор типа АН-7560.

Печь трубчатая типа УС-7077.

Ротаметр по ГОСТ 13045—81.

Лодочки фарфоровые № 2 по ГОСТ 9147—80. Перед применением лодочки прокаливают в токе кислорода при рабочей температуре и хранят их в эксикаторе. Шлиф рышки эксикатора не должен покрываться смазывающими веществами.

Шкаф сушильный с терморегулятором типа ШІ-0,05 (М).

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1986

Крючок из жаростойкой низкоуглеродистой проволоки диаметром 3—5 мм, длиной 600 мм.

Пинцет.

Трубка огнеупорная муллито-кремнеземистая.

Электронагреватель карбид-кремниевый № 51 КЭНБ по ГОСТ 16139—76.

Стекловата по ГОСТ 10727—73.

Ткань Петрянова типа ФПП-25—3.

Аскарит.

Смазка вакуумная.

Плавень—окись меди порошкообразная по ГОСТ 16539—79. Окись меди предварительно прокаливают в токе кислорода при температуре 800°С в течение 6 ч. В качестве плавня допускается применять и другие материалы, обеспечивающие полное выгорание углерода из анализируемой пробы. Массовая доля углерода в плавне не должна превышать 0,002% углерода по отношению к навеске анализируемого титана.

Стандартный образец состава металлического титана ГСО 1496—78.

Стандартный образец титанового сплава типа ВТ 16 ГСО 2181—81.

Стандартный образец титанового сплава типа ВТ 5—1 ГСО 2730—83.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583—78.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—72.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207—75.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199—76.

Стронций хлористый по ГОСТ 4140—74.

Марганца (IV) окись по ГОСТ 4470—79.

Поглотительный раствор: 50 г хлористого калия и 50 г хлористого стронция растворяют в 1000 $см^3$ воды и перемешивают.

Вспомогательный раствор: 50 г хлористого калия, 50 г железистосинеродистого калия и 1 г тетраборнокислого натрия растворяют в 1000 $см^3$ воды и перемешивают.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка пробы

Анализируемую пробу очищают от возможных загрязнений. Для этого титановую стружку промывают этиловым спиртом в объеме 10 $см^3$ на 1 г титановой стружки. Затем высушивают в сушильном шкафу при температуре 79°С или на воздухе до полного удаления этилового спирта. При необходимости очищенную титановую стружку хранят в стеклянной таре.

3.2. Подготовка установки

Подготовку анализатора АН-7560 к работе осуществляют в соответствии с инструкцией, изложенной в паспорте.

Нагревают печь до 1250—1300°С.

Производят соединение элементов газового тракта и подают кислород в систему. Устанавливают расход кислорода 0,6—0,7 $дм^3$/мин.

Проверяют герметичность соединений газового тракта прибора путем пережатия резиновой трубки, соединяющей дроссель с сосудом датчика. Опускание поплавка ротаметра до упора свидетельствует о герметичности системы.

После проверки герметичности системы включают анализатор АН-7560. В течение 30—40 мин происходит автоматическое установление величины pH поглотительного раствора до значения 10,5.

Для градуировки анализатора АН-7560 используют стандартный образец состава металлического титана ГСО 1496—78 с массовой долей углерода 0,018%, стандартный образец титанового сплава типа ВТ 16 ГСО 2181—81 с массовой долей углерода 0,031% и стандартный образец состава титанового сплава типа ВТ 5—1 ГСО 2730—83 с массовой долей углерода 0,0082%.

В процессе градуировки учитывают показания, полученные в результате проведения контрольного опыта (сжигание плавня в лодочке).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску титана массой 0,5 г (при массовой доле углерода до 0,1%) или 0,25 г (при массовой доле углерода свыше 0,1%) помещают в фарфоровую лодочку и покрывают равномерным слоем окиси меди в соотношении 1:2 соответственно. Анализируемую пробу и окись меди взвешивают на лабораторных весах с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г. Допускается производить взвешивание с погрешностью взвешивания не более 0,001 г на весах типа АВ-7301, входящих в комплект анализатора.

Лодочку с навеской титана и плавнем помещают в рабочую зону трубки, которую быстро закрывают металлическим затвором, нажимают на кнопку «сброс» и устанавливают показание индикаторного цифрового табло на «нуль». Сжигают навеску титана с плавнем при температуре 1250—1300°С. В процессе сжигания навески титана с плавнем на цифровом табло осуществляется непрерывный отсчет показаний.

Анализ считают законченным, если цифровые показания табло не изменяются в течение 1 мин или изменяются на величину холостого счета прибора.

Параллельно через все стадии анализа в начале и в конце смены проводят контрольный опыт. Для этого в прокаленную

лодочку помещают плавень и сжигают при рабочей температуре в течение времени, затрачиваемого на сжигание навески титана с плавнем.

При неустойчивом контрольном опыте его повторяют в течение дня один-два раза.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю углерода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m_1\cdot(A-A_x)}{m},$$

где m_1 — масса навески, по которой отградуирован прибор, г; A — показание цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания навески титана, %; A_x — среднее арифметическое значение показаний цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания плавня при проведении контрольных опытов, %; m — масса анализируемой навески, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений ($n=2$) при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений, %	Абсолютные допускаемые расхождения между результатами анализа проб двух слитков, %
От 0,003 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,003	0,005
» 0,030 » 0,080 »	0,005	0,008
» 0,080 » 0,20 »	0,02	0,03

5.3. Для проверки точности результатов анализа применяют стандартный образец состава металлического титана ГСО 1496—78.

Допускается для проверки точности результатов анализа применять стандартные образцы любой категории, близкие по химическому составу к анализируемым пробам.

Анализ стандартного образца выполняют в двух параллельных определениях один раз в смену.

Анализ считают выполненным правильно, если воспроизведенное содержание компонента в стандартном образце отличается от паспортного не более чем на половину величины допускаемого расхождения между результатами параллельных определений для данного содержания компонента.

Изменение № 1 ГОСТ 9853.3—86 Титан губчатый. Метод определения углерода

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.10.87 № 3995

Дата введения 01.03.88

Пункт 1.1 дополнить словами: «с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 9853.1—79».

(ИУС № 1 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9853.3—86 Титан губчатый. Метод определения углерода

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.08.90 № 2408

Дата введения 01.03.91

Раздел 2. Шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 24104—80 на ГОСТ 24104—88;

пятнадцатый абзац после слов «анализируемой пробы» изложить в новой редакции: «Массовая доля углерода в плавне не должна превышать 0,002%; допускается сжигание пробы без плавня при условии полного выгорания углерода»;

семнадцатый, восемнадцатый абзацы после слова «образец» дополнить словом: «состава»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.1 изложить в новой редакции:

«3.1. Подготовка пробы

Пробу очищают от возможных загрязнений. Для этого ее промывают этиловым спиртом в объеме 10 см^3 на 1 г анализируемой пробы, затем высушивают до полного удаления этилового спирта. При необходимости очищенную анализируемую пробу хранят в стеклянной таре».

Пункт 3.2. Второй абзац. Заменить значение: 1250—1300 °С на 1473—1573 К (1200—1400 °С);

шестой абзац после слов «углерода 0,018 %, стандартный образец» дополнить словами: «состава»; после слов «углерода 0,0082%» дополнить словами: «или любой другой стандартный образец, близкий по химическому составу к анализируемой пробе и аттестованный в соответствии с ГОСТ 8.315—78».

Пункт 4.1. Первый абзац. Заменить значение: 0,0002 на 0,001; исключить слова: «Допускается производить взвешивание с погрешностью взвешивания не более 0,001 г на весах типа АВ-7301, входящих в комплект анализатора»;

(Продолжение см. с. 112)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.3—86)

второй абзац. Заменить значение: 1250–1300 °С на 1473–1573 К (1200–1300 °С); после слов «отсчет показаний» дополнить словами: «Допускается проведение анализа без применения плавня. При разногласиях в оценке качества анализ проводят с применением плавня»;

четвертый абзац. Исключить слова: «и в конце»;

пятый абзац. Заменить слово: «дня» на «смены»;

дополнить абзацем: «Средний результат контрольных опытов не должен превышать величины допускаемых расхождений, приведенных в таблице».

Пункт 5.1 дополнить абзацем: «При использовании анализатора в комплекте с автоматическими весами формула приобретает вид: $X = A - A_x$ ».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции (кроме таблицы): «5.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного слитка и результатами анализов проб двух слитков, отобранных из одной и той же объединенной пробы, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать величин, указанных в таблице»;

таблица. Головку изложить в новой редакции:

Массовая доля углерода, %	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка, %	Допускаемые расхождения результатов анализа проб двух слитков, %

Пункт 5.3. Второй абзац после слов «пробам» дополнить словами: «и аттестованные в соответствии с ГОСТ 8.315—78, а также любым другим методом, предусмотренным ГОСТ 25086—87»;

четвертый абзац исключить.

(ИУС № 11 1990 г).

Редактор *А. А. Зимовнова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 18.07.86 Подп. в печ. 25.08.86 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,27 уч.-изд. л.
Тир. 16 000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2392

Цена 3 коп.

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское
ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд
ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

Величина	Единица			Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
	Наименование	Обозначение		
		международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	$с^{-1}$
Сила	ньютон	N	Н	$м \cdot кг \cdot с^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$м^{-1} \cdot кг \cdot с^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$с \cdot А$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$м^{-2} кг^{-1} \cdot с^4 \cdot А^2$
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$м^{-2} кг^{-1} \cdot с^3 \cdot А^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	кд · ср
Освещенность	люкс	lx	лк	$м^{-2} \cdot кд \cdot ср$
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$с^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грэй	Gy	Гр	$м^2 \cdot с^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$м^2 \cdot с^{-2}$

gost.e-ecolog.ru