

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭИФ КР
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Методы определения кислорода

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
М и н с к

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

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

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_k^O , %, в материале транспортного контейнера не должна превышать значения, вычисленного по формуле

$$C_k^O = 0,67 \cdot \frac{0,02 m_a}{m_k}, \quad (1)$$

где m_a — минимальная масса анализируемого образца, г;

m_k — 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 $\pm 0,01$ г по ГОСТ 24104.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Этанол (спирт этиловый) ректифицированный 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 $\pm 0,01$ 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_a и от контрольного образца N_k или монитора N_m .

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.