
**Титан и титановые сплавы.
Определение содержания железа.
Молекулярная абсорбционная
спектрометрия с использованием
1,10-фенантролина**

iTeh STA *Titanium and titanium alloys — Determination of iron — Molecular
absorption spectrometry using 1, 10-phenanthroline*
(standards.iteh.ai)

ISO 22960:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3614f4b7-deaa-4b92-946e-c7c0edcfaf2c/iso-22960-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 22960:2008(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe — торговый знак Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами – членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22960:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3614f4b7-deaa-4b92-946e-c7c0edcfaf2c/iso-22960-2008>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	1
4 Реактивы	2
5 Аппаратура.....	2
6 Образец	3
7 Методика	3
8 Выражение результатов	4
9 Прецизионность.....	5

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22960:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3614f4b7-deaa-4b92-946e-c7c0edcfaf2c/iso-22960-2008>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 22960 разработан Техническим комитетом ISO/TC 79, *Легкие металлы и их сплавы*, Подкомитетом SC 11, *Титан*.

[ISO 22960:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3614f4b7-deaa-4b92-946e-c7c0edcfaf2c/iso-22960-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3614f4b7-deaa-4b92-946e-c7c0edcfaf2c/iso-22960-2008>

Титан и титановые сплавы. Определение содержания железа. Молекулярная абсорбционная спектроскопия с использованием 1,10-фенантролина

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает молекулярный абсорбционный спектрометрический метод с использованием 1,10-фенантролина для определения массовой доли железа в титане и титановых сплавах.

Данный метод применим к титану и титановым сплавам с массовой долей железа в диапазоне от 0,005 % до 2,0 %.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 384:1978, *Посуда лабораторная стеклянная. Принципы проектирования и конструирования мерной стеклянной посуды*

ISO 648:—¹⁾, *Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой*

ISO 1042:1998, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой*

ISO 3696:1987, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

ISO 4787:1984, *Посуда лабораторная стеклянная. Посуда мерная стеклянная. Методы применения и контроля вместимости*

3 Принцип

Растворяют пробу для анализа в соляной и фтористоводородной кислотах. Добавляют азотную кислоту для окисления титана. Затем добавляют борную кислоту, винную кислоту, ацетат аммония и гидроксиламмонийхлорид. Добавляют 1,10-фенантролин для образования комплекса 1,10-фенантролин-железо. Определяют концентрацию железа в пробе для анализа с помощью спектрофотометра.

1) Будет опубликован. (Пересмотр ISO 648:1977)

4 Реактивы

4.1 Общие положения

При анализе используют только реактивы признанного аналитического качества и воду, соответствующую степени чистоты 2 по ISO 3696.

4.2 Соляная кислота (1+1)

Медленно добавляют 500 мл соляной кислоты (ρ_{20} 1,16 г/мл – 1,19 г/мл) к 500 мл воды.

4.3 Азотная кислота (1+1)

Медленно добавляют 500 мл азотной кислоты (ρ_{20} 1,42 г/мл) к 500 мл воды.

4.4 Фтористоводородная кислота (1+1)

Осторожно и медленно добавляют 100 мл фтористоводородной кислоты (ρ_{20} 1,14 г/мл) к 100 мл воды.

4.5 Борная кислота

4.6 Раствор винной кислоты (200 г/л)

4.7 Раствор ацетата аммония (500 г/л)

4.8 Раствор гидроксиламмонийхлорида (100 г/л)

4.9 Раствор 1,10-фенантролина (100 г/л)

Растворяют 2,4 г моногидрата 1,10-фенантролинхлорида в 1 000 мл воды или растворяют 2,0 г моногидрата 1,10-фенантролина в 100 мл этанола [минимальная чистота 95 % (объемная доля)] и разбавляют до 1 000 мл водой.

4.10 Стандартный раствор железа

4.10.1 Основной стандартный раствор железа (0,500 мг Fe/мл)

Взвешивают с точностью до 0,1 мг 0,500 г металлического железа [минимальная чистота 99,9 % (массовая доля)] в химическом стакане вместимостью 300 мл, нагревают и разлагают с помощью 30 мл соляной кислоты (4.2). Добавляют 5 мл азотной кислоты (4.3) для окисления железа и нагревают для улетучивания оксидов азота. После охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

4.10.2 Стандартный раствор железа (0,050 мг Fe/мл)

Отбирают пипеткой 10,00 мл основного стандартного раствора железа (4.10.1) в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают. Готовят этот раствор в день использования.

5 Аппаратура

5.1 Общие положения

Используют обычную лабораторную аппаратуру.

5.2 Мерная стеклянная посуда, класса А, соответствующая требованиям ISO 384, ISO 648 и ISO 1042. Используют в соответствии с ISO 4787.

5.3 Аналитические весы, чувствительностью до 0,1 мг.

5.4 Спектрофотометр.

6 Образец

6.1 Отбор образцов

Методика отбора образцов титана и титановых сплавов должна согласовываться до тех пор, пока не будет опубликован соответствующий стандартный метод.

6.2 Проба для анализа

Отбирают пробу для анализа от испытуемого образца, как указано в Таблице 1, и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Таблица 1 — Рекомендуемые массы пробы для анализа и объемы аликвот, отбираемые в 7.4

Массовая доля железа %	Масса пробы для анализа г	Объем аликвоты, отбираемый в 7.4 с) мл
$\geq 0,005 < 0,1$	1,0	20,0
$\geq 0,1 < 0,4$	1,0	10,0
$\geq 0,4 < 0,8$	0,50	10,0
$\geq 0,8 \leq 2,0$	0,20	10,0

7 Методика

7.1 Количество определений

Выполняют определение на каждом образце, по меньшей мере, дважды, по возможности в условиях повторяемости.

7.2 Контрольный опыт

Выполняют контрольный опыт параллельно с анализом, используя те же самые количества всех реактивов, но опуская пробу для анализа.

7.3 Построение калибровочной кривой

Отбирают пипеткой 0 мл, 2 мл, 4 мл, 6 мл и 8 мл стандартного раствора железа (4.10.2) в пять мерных колб вместимостью 100 мл.

Добавляют по 15 мл раствора винной кислоты (4.6), 25 мл раствора ацетата аммония (4.7) и 5 мл раствора гидроксиламмонийхлорида (4.8) в каждую мерную колбу. Разбавляют примерно до 80 мл водой и перемешивают.

Добавляют по 10 мл раствора 1,10-фенантролина (4.9) в каждую мерную колбу, доводят до метки водой и перемешивают.

После выдержки примерно в течение 20 мин при комнатной температуре переносят часть раствора в абсорбционную кювету (10 мм) и измеряют оптическую плотность при длине волны 510 нм, используя воду в качестве контрастного раствора.

Строят кривую зависимости полученной оптической плотности от концентрации железа в миллиграммах на 100 мл. Необходимо удостовериться в том, что корреляция графика выше 0,999 и он соответственно линеен. Строят калибровочную кривую для образца путем параллельного смещения соответствующей кривой таким образом, чтобы она проходила через начало координат.

7.4 Приготовление испытуемого раствора для измерения в спектрофотометре

Выполняют следующие операции.

- a) Переносят пробу для анализа в полиэтиленовый химический стакан (200 мл).
- b) Добавляют 10 мл соляной кислоты (4.2) и 5 мл фтористоводородной кислоты (4.4), накрывают полиэтиленовым часовым стеклом и осторожно нагревают на водяной бане для разложения пробы для анализа. Добавляют 3 мл азотной кислоты (4.3) и продолжают нагрев до тех пор, пока происходит улетучивание оксидов азота. Затем добавляют 3 г борной кислоты (4.5), перемешивают для растворения борной кислоты и охлаждают до комнатной температуры.
- c) Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки водой. Отбирают пипеткой испытуемый раствор в две мерные колбы (А и В) (объем указан в Таблице 1) в зависимости от массовой доли железа в образце.
- d) Добавляют 15 мл раствора винной кислоты (4.6), 25 мл раствора ацетата аммония (4.7) и 5 мл раствора гидроксиламмонийхлорида (4.8) в мерные колбы А и В. Разбавляют примерно до 80 мл водой и перемешивают.
- e) Добавляют 10 мл раствора 1,10-фенантролина (4.9) в мерную колбу А и доводят до метки водой. Добавляют воду в мерную колбу В, доводят до метки водой и перемешивают.

7.5 Определение концентрации железа

После выдержки примерно в течение 20 мин при комнатной температуре переносят часть раствора в абсорбционную кювету (10 мм) и измеряют оптическую плотность при длине волны 510 нм, используя раствор в колбе В в качестве контрастного раствора.

Определяют концентрацию железа в испытуемом растворе по калибровочной кривой (7.3).

8 Выражение результатов

Массовую долю железа в пробе для анализа, w_{Fe} , выраженную в процентах, определяют по следующей формуле:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{\rho_1 - \rho_2}{m \times V} \times 100 \times 10^{-3} \quad (1)$$

где

ρ_1 концентрация железа в аликвоте раствора, выраженная в мг/100 мл;

ρ_2 концентрация железа в контрольном растворе, выраженная в мг/100 мл;

V объем аликвоты раствора, выраженный в мл;

m масса пробы для анализа, выраженная в г.

Рассчитывают массовую долю железа в пробе для анализа с точностью до третьего десятичного знака.

Расхождение между результатами двух параллельных определений массовой доли железа в одном и том же образце не должно превышать допустимого предела [Формулы (2), (3) или (4)]. Если расхождение превышает этот допустимый предел, анализ должен быть повторен.

9 Прецизионность

Допустимый предел этого аналитического метода выражается следующими формулами:

Предел повторяемости

$$2,8 \times [0,005 5 \times (W_{Fe}) + 0,001 0] \% \text{ (массовая доля)} \quad (2)$$

Внутрилабораторный предел воспроизводимости

$$2,8 \times [0,008 3 \times (W_{Fe}) + 0,001 0] \% \text{ (массовая доля)} \quad (3)$$

Межлабораторный предел воспроизводимости

$$2,8 \times [0,023 3 \times (W_{Fe}) + 0,000 8] \% \text{ (массовая доля)} \quad (4)$$

ISO 22960:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3614f4b7-deaa-4b92-946e-c7c0edcfaf2c/iso-22960-2008>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22960:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3614f4b7-deaa-4b92-946e-c7c0edcfaf2c/iso-22960-2008>

МКС 77.120.50

Цена определяется из расчета 5 страниц