
**Титан и титановые сплавы.
Определение содержания железа.
Атомная абсорбционная
спектрометрия**

*Titanium and titanium alloys — Determination of iron — Atomic
absorption spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22961:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1699ced2-ff2b-495d-a2fe-62086e4cbbc5/iso-22961-2008>

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



Ссылочный номер
ISO 22961:2008(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 22961:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1699ced2-ff2b-495d-a2fe-62086e4cbbc5/iso-22961-2008>



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	1
5 Аппаратура.....	2
6 Образец	3
7 Методика	3
8 Выражение результатов	5
9 Прецизионность.....	6
Библиография.....	7

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22961:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1699ced2-ff2b-495d-a2fe-62086e4cbbc5/iso-22961-2008>

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 22961 разработан Техническим комитетом ISO/TC 79, *Легкие металлы и их сплавы*, Подкомитетом SC 11, *Титан*.

[ISO 22961:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1699ced2-ff2b-495d-a2fe-62086e4cbbc5/iso-22961-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1699ced2-ff2b-495d-a2fe-62086e4cbbc5/iso-22961-2008>

Титан и титановые сплавы. Определение содержания железа. Атомная абсорбционная спектрометрия

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает атомный абсорбционный спектрометрический метод 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, железа и других элементов. Затем добавляют борную кислоту и определяют концентрацию железа в пробе для анализа с помощью атомного абсорбционного спектрометра.

4 Реактивы

4.1 Общие положения

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

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

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 Титан

Титан минимальной степени чистоты 99 % (массовая доля) и с заранее известной, как можно более низкой массовой долей железа. Если массовая доля железа неизвестна, ее следует определить согласно ISO 22960.

4.7 Стандартный раствор железа

4.7.1 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.

4.7.2 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 Атомный абсорбционный спектрометр

Режим прибора:

Пламя: воздух/ацетилен

Длина волны: 248,3 нм

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 массой 0,50 г от испытуемого образца и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

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 Приготовление калибровочных растворов

7.3.1 Общие положения

Готовят калибровочные растворы в соответствии с 7.3.2 или 7.3.3.

7.3.2 В случае массовой доли железа менее 0,1 %

Взвешивают шесть образцов титана (4.6), каждый по 0,50 г, и переносят в полиэтиленовые химические стаканы (200 мл).

Добавляют по 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.

Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл и добавляют из бюретки или с помощью пипетки 0 мл, 2 мл, 4 мл, 6 мл, 8 мл и 10 мл стандартного раствора железа (4.7.2). Доводят до метки водой и перемешивают.

7.3.3 В случае массовой доли железа более 0,1 %

Взвешивают 0,50 г титана (4.6) и переносят в полиэтиленовый химический стакан (200 мл).

Добавляют по 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 титана. 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.

Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл.

Отбирают пипеткой по 20,0 мл или 5,0 мл раствора в зависимости от массовой доли железа в образце (см. Таблицу 1) в шесть мерных колб. Добавляют 8 мл или 9,5 мл соляной кислоты (4.2) в зависимости от массовой доли железа в образце (см. Таблицу 1). Добавляют из бюретки или с помощью пипетки 0 мл, 2 мл, 4 мл, 6 мл, 8 мл и 10 мл стандартного раствора железа (4.7.2). Доводят до метки водой и перемешивают.

7.4 Приготовление испытуемого раствора для измерения в спектрофотометре

Переносят пробу для анализа в полиэтиленовый химический стакан (200 мл).

Добавляют по 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.

Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

В случае массовой доли железа более 0,1 % отбирают пипеткой 20,0 мл или 5,0 мл раствора в зависимости от массовой доли железа в образце в мерную колбу вместимостью 100 мл. Добавляют 8 мл или 9,5 мл соляной кислоты (4.2) в зависимости от объема аликвоты и доводят до метки водой (см. Таблицу 1).

Таблица 1 — Массовые доли железа и объем аликвоты

Массовая доля железа %	Объем аликвоты мл	Добавленный объем HCl (4.2) мл
$\geq 0,1 < 0,5$	20,0	8
$\geq 0,5 \leq 2$	5,0	9,5

7.5 Определение концентрации железа

7.5.1 Общие положения

В приборе должна быть установлена железная лампа с полым катодом в соответствии с инструкциями производителя. Должна быть установлена длина волны 248,3 нм. Используется окислительное воздушно-ацетиленовое пламя.

При использовании приборов с компьютерной системой построения калибровочной кривой стандартизация (поправка на смещение, нормализация, повторная калибровка) и измерение концентрации железа должны выполняться в соответствии с руководством по программному обеспечению компьютерной системы прибора.

7.5.2 Построение калибровочной кривой

Распыляют порцию калибровочных растворов в воздушно-ацетиленовом пламени атомного абсорбционного спектрометра, нулевая точка которого была отрегулирована по воде, измеряют оптическую плотность при длине волны 248,3 нм, строят соответствующую кривую зависимости полученной оптической плотности от концентрации железа в миллиграммах на 100 мл.

Строят калибровочную кривую для образца путем параллельного смещения соответствующей кривой таким образом, чтобы она проходила через начало координат.

7.5.3 Измерение концентрации железа

Распыляют порцию испытуемого раствора в воздушно-ацетиленовом пламени атомного абсорбционного спектрометра, нулевая точка которого была отрегулирована по воде, измеряют оптическую плотность при длине волны 248,3 нм и определяют концентрацию железа (мг/100 мл) в испытуемом растворе по калибровочной кривой.

8 Выражение результатов

8.1 В случае массовой доли железа менее 0,1 % (по массе)

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

$$W_{\text{Fe}} = \frac{\rho_1 - (\rho_2 - \rho_3)}{m} \times 100 \times 10^{-3} \quad (1)$$

где

- ρ_1 концентрация железа в испытуемом растворе, выраженная в мг/100 мл;
- ρ_2 концентрация железа в контрольном растворе, выраженная в мг/100 мл;
- ρ_3 концентрация железа в титане (4.6), используемом в 7.3.2 или 7.3.3, выраженная в мг/100 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 содержания железа² в одном и том же образце не должно превышать допустимого предела [формула (3), (4) или (5)]. Если расхождение превышает этот допустимый предел, анализ должен быть повторен.

8.2 В случае массовой доли железа более 0,1 %

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

$$W_{\text{Fe}} = \frac{\rho_4 - \left[\rho_5 - \left(\rho_3 \times \frac{V}{100} \right) \right]}{m} \times 100 \times 10^{-3} \quad (2)$$

где

- ρ_3 концентрация железа в титане (4.6), используемом в 7.3.2 или 7.3.3, выраженная в мг/100 мл;
- ρ_4 концентрация железа в аликвоте испытуемого раствора, выраженная в мг/100 мл;
- ρ_5 концентрация железа в аликвоте контрольного раствора, выраженная в мг/100 мл;
- V объем аликвоты, 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.

2) Примечание переводчика. В оригинале «содержания кислорода».

Расхождение между результатами двух параллельных определений массовой доли железа в одном и том же образце не должно превышать допустимого предела [формула (3), (4) или (5)]. Если расхождение превышает этот допустимый предел, анализ должен быть повторен.

9 Прецизионность

Допустимый предел этого аналитического метода выражается следующими формулами:

Предел повторяемости

$$2,8 \times [0,010 0 \times (W_{Fe}) + 0,000 4] \% \text{ (массовая доля)} \quad (3)$$

Внутрилабораторный предел воспроизводимости

$$2,8 \times [0,014 9 \times (W_{Fe}) + 0,000 4] \% \text{ (массовая доля)} \quad (4)$$

Межлабораторный предел воспроизводимости

$$2,8 \times [0,027 0 \times (W_{Fe}) + 0,002 3] \% \text{ (массовая доля)} \quad (5)$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22961:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1699ced2-ff2b-495d-a2fe-62086e4cbbc5/iso-22961-2008>