

МЕЖДУНАРОДНЫЙ
СТАНДАРТ

ISO
22962

Первое издание
2008-01-15

**Титан и титановые сплавы.
Определение содержания железа.
Атомная эмиссионная спектрометрия с
индуктивно связанной плазмой**

Titanium and titanium alloys — Determination of iron — Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

ISO 22962:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c7a37c-7762-4d5f-a780-14b95f2831c7/iso-22962-2008>

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



Ссылочный номер
ISO 22962:2008(R)

© ISO 2008

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 22962:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c7a37c-7762-4d5f-a780-14b95f2831c7/iso-22962-2008>



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.....	3
6 Образец	3
7 Методика	3
8 Выражение результатов	7
9 Прецизионность.....	8
Библиография.....	9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22962:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c7a37c-7762-4d5f-a780-14b95f2831c7/iso-22962-2008>

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 22962 разработан Техническим комитетом ISO/TC 79, *Легкие металлы и их сплавы*, Подкомитетом SC 11, *Титан*.

[ISO 22962:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c7a37c-7762-4d5f-a780-14b95f2831c7/iso-22962-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c7a37c-7762-4d5f-a780-14b95f2831c7/iso-22962-2008>

Титан и титановые сплавы. Определение содержания железа. Атомная эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает атомный эмиссионный спектрометрический метод с индуктивно связанной плазмой 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 0,01 % до 3,0 %.

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 азотной и фтористоводородной кислотах или в серной и фтористоводородной кислотах. Определяют концентрацию железа в пробе для анализа с помощью атомного эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой (ICP).

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 (4.1).

4.3 Азотная кислота (ρ_{20} 1,42 г/мл)

4.4 Азотная кислота (1+1)

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

4.5 Фтористоводородная кислота (1+1)

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

4.6 Серная кислота (1+1)

Медленно добавляют при перемешивании и охлаждении 500 мл серной кислоты (ρ_{20} 1,84 г/мл) к 500 мл воды.

4.7 Серная кислота (1+3)

Медленно добавляют при перемешивании и охлаждении 100 мл серной кислоты (ρ_{20} 1,84 г/мл) к 300 мл воды.

4.8 Титан

Титан минимальной 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.

4.9 Раствор кобальта (1 мг Co/мл)

Взвешивают 1,00 г металлического кобальта [минимальная чистота 99,5 % (массовая доля)] в химическом стакане вместимостью 300 мл, нагревают и разлагают с помощью 40 мл азотной кислоты (4.4). После охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

4.10 Раствор иттрия (1 мг Y/мл)

Взвешивают 1,27 г оксида иттрия (III) [минимальная чистота 99,5 % (массовая доля)] в химическом стакане вместимостью 300 мл, нагревают и разлагают с помощью 20 мл соляной кислоты (4.2). После охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

4.11 Раствор лантана (1 мг La/мл)

Взвешивают 1,17 г оксида лантана (III) [минимальная чистота 99,5 % (массовая доля)] в химическом стакане вместимостью 300 мл, нагревают и разлагают с помощью 20 мл соляной кислоты (4.2). После охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

4.12 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 (4.4) 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.

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 Химический стакан и часовое стекло из полиэтилена.

5.4 Химический стакан и часовое стекло из политетрафторэтилена (PTFE).

5.5 Аналитические весы, чувствительностью до 0,1 мг.

5.6 Атомный эмиссионный ICP-спектрометр, способный проводить одновременное измерение линии испускания железа 238,20 нм или 259,94 нм и линии испускания кобальта (228,62 нм), иттрия (371,03 нм), лантана (398,85 нм), титана (255,60 нм) или титана (333,21 нм) в качестве внутреннего стандарта.

Для метода разложения с помощью азотной и фтористоводородной кислот (7.3.2) рекомендуется распылитель, изготовленный из материала, стойкого к воздействию фтористоводородной кислоты.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80c7a37c-7762-4d5f-a780-14b95f2831c7/iso-22962-2008>

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, 7.3.3 или 7.3.4.

7.3.2 В случае разложения азотной и фтористоводородной кислотами (Этот метод используется для методики, описанной в 7.4.2)

Взвешивают четыре образца титана (4.8), каждый по 0,50 г, и переносят в полиэтиленовые химические стаканы (200 мл).

Добавляют по 50 мл азотной кислоты (4.4) и 10 мл фтористоводородной кислоты (4.5), накрывают полиэтиленовым часовым стеклом и осторожно нагревают на водяной бане для разложения образца титана. Продолжают нагрев до тех пор, пока происходит улетучивание оксидов азота. Охлаждают до комнатной температуры.

Снимают часовое стекло, добавляют с помощью бюретки или пипетки 0 мл, 10 мл, 20 мл и 30 мл стандартного раствора железа (4.12). Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл.

Добавляют в качестве внутреннего стандарта 5,0 мл раствора [кобальта (4.9)], доводят до метки водой и перемешивают. Сразу же переносят этот раствор в сухую склянку из полиэтилена или PTFE с пробкой и хранят в ней.

7.3.3 В случае разложения серной и фтористоводородной кислотами (Этот метод используется для методики, описанной в 7.4.3)

Взвешивают четыре образца титана (4.8), каждый по 0,50 г, и переносят в химические стаканы из PTFE (200 мл).

Добавляют по 20 мл серной кислоты (4.6) и 4 мл фтористоводородной кислоты (4.5), накрывают часовым стеклом из PTFE и осторожно нагревают для разложения титана. В случае неполного разложения добавляют небольшое количество фтористоводородной кислоты (4.5) и снова нагревают. Добавляют 4 мл азотной кислоты (4.4) и нагревают в течение нескольких минут.

Снимают часовое стекло и продолжают нагревание в течение примерно 5 мин, пока появляется белый дым. Затем охлаждают до комнатной температуры и ополаскивают стакан изнутри небольшим количеством воды. Снова нагревают в течение 2–3 мин, пока появляется густой белый дым.

Объем серной кислоты, оставшейся в химическом стакане, будет влиять на интенсивность эмиссии. Поэтому рекомендуется позаботиться о том, чтобы объем оставшейся серной кислоты был постоянным. Однако это влияние можно исключить, используя метод внутреннего стандарта.

Охлаждают до комнатной температуры. Добавляют 20 мл соляной кислоты (4.2) и немного воды для растворения соли.

Добавляют с помощью бюретки или пипетки 0 мл, 10 мл, 20 мл и 30 мл стандартного раствора железа (4.12). Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл.

Добавляют в качестве внутреннего стандарта 5,0 мл раствора [кобальта (4.9), иттрия (4.10) или лантана (4.11)], доводят до метки водой и перемешивают.

7.3.4 В случае разложения серной кислотой (Этот метод используется для методики, описанной в 7.4.4)

Взвешивают четыре образца титана (4.8), каждый по 0,50 г, и переносят в конические стаканы (100 мл).

Добавляют по 40 мл серной кислоты (4.7), накрывают часовым стеклом и осторожно нагревают для полного разложения титана (поддерживая объем дистиллированной водой). После растворения титана

добавляют по каплям азотную кислоту (4.3) для окисления титана и нагревают раствор до тех пор, пока появляется белый дым. Охлаждают до комнатной температуры.

Снимают часовое стекло, добавляют с помощью бюретки или пипетки 0 мл, 10 мл, 20 мл и 30 мл стандартного раствора железа (4.12). Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл с помощью воды.

Доводят до метки водой и перемешивают.

7.4 Приготовление испытуемого раствора для измерения в атомном эмиссионном ИСП-спектрометре

7.4.1 Общие положения

Готовят испытуемые растворы для измерения в атомном эмиссионном ИСП-спектрометре в соответствии с 7.4.2, 7.4.3 или 7.4.4.

7.4.2 Разложение азотной и фтористоводородной кислотами

ПРИМЕЧАНИЕ Этот метод применим для определения содержания железа в титане (включая имеющийся в продаже чистый титан) и титановых сплавах.

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

Добавляют по 50 мл азотной кислоты (4.4) и 10 мл фтористоводородной кислоты (4.5), накрывают полиэтиленовым часовым стеклом и осторожно нагревают на водяной бане для разложения пробы для анализа. Продолжают нагрев до тех пор, пока происходит улетучивание оксидов азота. Охлаждают до комнатной температуры.

Снимают часовое стекло и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл.

Добавляют в качестве внутреннего стандарта 5,0 мл раствора [кобальта (4.9)], доводят до метки водой и перемешивают. Сразу же переносят этот раствор в сухую склянку из полиэтилена или PTFE с пробкой и хранят в ней.

7.4.3 Разложение серной и фтористоводородной кислотами

ПРИМЕЧАНИЕ Этот метод применим для определения содержания железа в титане (включая имеющийся в продаже чистый титан) и титановых сплавах.

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

Добавляют по 20 мл серной кислоты (4.6) и 4 мл фтористоводородной кислоты (4.5), накрывают часовым стеклом из PTFE и осторожно нагревают для разложения пробы для анализа. В случае неполного разложения добавляют небольшое количество фтористоводородной кислоты (4.5) и снова нагревают. Добавляют 4 мл азотной кислоты (4.4) и нагревают в течение нескольких минут.

Снимают часовое стекло и продолжают нагревание в течение 5 мин, пока появляется белый дым. Затем охлаждают до комнатной температуры и ополаскивают стакан изнутри небольшим количеством воды. Снова нагревают в течение 2–3 мин, пока появляется густой белый дым.

Объем серной кислоты, оставшейся в химическом стакане, будет влиять на интенсивность эмиссии. Поэтому рекомендуется позаботиться о том, чтобы объем оставшейся серной кислоты был постоянным. Однако это влияние можно исключить, используя метод внутреннего стандарта.

Охлаждают до комнатной температуры. Добавляют 20 мл соляной кислоты (4.2) и немного воды для растворения соли.

После охлаждения до комнатной температуры переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл.

Добавляют в качестве внутреннего стандарта 5,0 мл раствора [кобальта (4.9), иттрия (4.10) или лантана (4.11)], доводят до метки водой и перемешивают.

7.4.4 Разложение серной кислотой (с использованием титана в качестве внутреннего стандарта)

ПРИМЕЧАНИЕ В этом методе используется титан в качестве внутреннего стандарта, и он применим для определения содержания железа только в чистом титане, имеющемся в продаже.

Переносят пробу для анализа в конический химический стакан (100 мл).

Добавляют по 40 мл серной кислоты (4.7), накрывают часовым стеклом и осторожно нагревают для полного разложения титана (поддерживая объем дистиллированной водой). После растворения титана добавляют по каплям азотную кислоту (4.3) для окисления титана. Нагревают раствор до тех пор, пока появляется белый дым.

После охлаждения до комнатной температуры переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл с помощью воды.

Доводят до метки водой и перемешивают.

7.5 Определение концентрации железа

7.5.1 Общие положения

Прибор должен быть настроен в соответствии с инструкциями производителя. Выбирают соответствующую поправку на фон и зажигают плазменную горелку, по меньшей мере, за 30 мин до использования для стабилизации.

Измеряют интенсивность эмиссии с помощью атомного эмиссионного ICP-спектрометра, используя метод внутреннего стандарта.

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 аргоновой плазме атомного эмиссионного ICP-спектрометра и измеряют одновременно интенсивность эмиссии железа и элементов (Co, Y, La или Ti), используемых в качестве внутренних стандартов, при длине волны, указанной в Таблице 1.

Таблица 1 — Элемент и длина волны при измерении

Элемент	Длина волны нм
Fe	238,20 или 259,94
Co	228,62
Y	371,03
La	398,85
Ti	255,60 или 333,21 ^a
^a Для линии Fe 238,20 нм в качестве линии внутреннего стандарта следует использовать линию Ti 255,59 нм, а для линии Fe 259,94 нм — линию Ti 333,211 нм.	