МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения бериллия

Non-tin bronze.
Methods for the determination of berylium

ГОСТ 15027.13—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и атомно-абсорбционный методы определения бериллия (при массовой доле бериллия от 1,5 % до 2,5 %) в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕРИЛЛИЯ

Сущность метода

Метод основан на осаждении бериллия в виде фосфата, прокаливании и взвешивании прокаленного осадка. Перед осаждением бериллия медь отделяют электролизом или медь в виде аммиачного комплекса остается в фильтрате. Алюминий и железо маскируют добавлением раствора трилона Б. В присутствии титана его маскируют пероксидом водорода.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка электролизная с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772 раствор 100 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор 2 г/дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор; готовят следующим образом: 15 г трилона Б смешивают с небольшим количеством воды и приливают аммиак до растворения навески трилона Б. Раствор разбавляют водой до 70—80 см^3, отфильтровывают и фильтрат нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до розовой окраски по метиловому красному, затем вновь добавляют аммиак до желтой окраски и доливают водой до 100 см^3.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 150 г/дм^3.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 10 г/дм^3.

gost.e-ecolog.ru

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор 100 г/дм^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Раствор для промывания (pH 5,2); готовят следующим образом: 15 см^3 раствора уксуснокислого аммония разбавляют водой до объема 1000 см^3 и, добавляя уксусную кислоту, доводят pH раствора до 5,2±0,05.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Раствор для промывания: раствор аммония азотнокислого нейтрализуют раствором аммиака по метиловому красному.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор кипятят для удаления оксидов азота, охлаждают, добавляют 7 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, 100 см^3 воды и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1

По окончании электролиза раствор упаривают до 100 см^3, прибавляют 3 см^3 раствора трилона Б (при анализе бронз, содержащих титан, 5 см^3 перекиси водорода) и устанавливают pH раствора 1,5 аммиаком по индикаторной бумаге или на pH-метре.

Раствор нагревают до кипения и кипятят 3 мин. Затем раствор охлаждают, добавляют 10 см^3 раствора фосфорнокислого аммония, доводят pH раствора до 5,2 раствором уксуснокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят 3—5 мин. Раствор охлаждают и, спустя 1 ч, отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности, промывая фильтр с осадком 5—8 раз раствором для промывания (pH 5,2) до отрицательной реакции на фосфат-ион (проба с раствором молибденовокислого аммония).

Промытый осадок переносят вместе с фильтром во взвешенный фарфоровый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают при 800—900 °С в течение 1 ч до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор кипятят до удаления оксидов азота и охлаждают.

Стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 40—50 см^3 раствора трилона Б, 15 см^3 раствора фосфорнокислого аммония (100 г/дм^3) и раствора аммиака по каплям до появления неисчезающей мути. Затем приливают к раствору 25 см^3 раствора уксуснокислого аммония и нагревают до кипения. Раствор с осадком выдерживают в теплом месте или на водяной бане до перехода осадка из аморфного состояния в кристаллическое.

После охлаждения осадок отфильтровывают на плотный фильтр или двойной с белой полосой и промывают раствором для промывания до полного удаления ионов меди, а также отрицательной реакции на фосфат-ион (проба с раствором молибденовокислого аммония) и далее поступают, как указано в п. 3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю бериллия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 0{,}0938 \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса осадка фосфорнокислого бериллия, г;

0,0938 — коэффициент пересчета фосфорнокислого бериллия на бериллий;

m_1 — масса бронзы, г.

4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать 0,05 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать 0,07.

4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086.

4.3, 4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕРИЛЛИЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами бериллия, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен—закись азота при длине волны 234,9 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для бериллия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Бериллия сульфат ($BeSO_4 \cdot 4H_2O$).

Стандартные растворы бериллия.

Раствор А: 19,65 г сульфата бериллия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г бериллия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г бериллия.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску пробы массой 0,1 г растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Аликвотную часть раствора 10 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию бериллия в пламени ацетилен—закись азота при длине волны 234,9 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. *Построение градуировочного графика*

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 и 0,4 мг бериллия и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию бериллия, как указано в п.5.3.1, по полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю бериллия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot K \cdot 100}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация бериллия в анализируемом растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

K — коэффициент разбавления;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать 0,05 %.

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать 0,07 %.

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованных в установленном порядке, или сопоставлением результатов, полученных гравиметрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.13—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1536—79

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	2	ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 3117—78	2	ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 3765—78	2	ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 3772—74	2	ГОСТ 22867—77	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 25086—87	1.1; 4.4; 5
ГОСТ 4461—77	2; 5		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)

gost.e-ecolog.ru