ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ЛИГАТУРА МЕДНОБЕРИЛЛИЕВАЯ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 23687.1—79, ГОСТ 23687.2—79

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.35'725:546.45.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЛИГАТУРА МЕДНОБЕРИЛЛИЕВАЯ

Методы определения бериллия

Alloy of copper-beryllium. Methods of the determination of beryllium

ГОСТ 23687.1—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 июня 1979 г. № 2050 срок действия установлен

с 01.07.1980 г.
до 01.07.1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотонейтронный и гравиметрический гексаминкобальтхлоридный методы определения бериллия (при массовой доле бериллия от 4 до 12%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23685—79.

2. ФОТОНЕЙТРОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕРИЛЛИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на использовании фотонейтронной реакции $^{9}Be(\gamma n)^{8}Be$, происходящей при облучении образца, переведенного в раствор, γ-излучением источника сурьма-124.

Количественное измерение содержания бериллия выполняют относительным измерением величины нейтронного потока от анализируемой пробы и стандартного раствора, облучаемых в одинаковых геометрических условиях.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

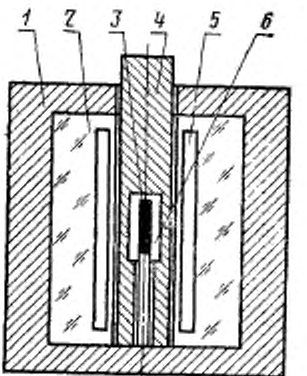
Установка фотонейтронная для определения бериллия состоит из нейтронного радиометра типа РНС-63, укомплектованного датчиком и пересчетным прибором типа ПСО-2; ПП-16.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

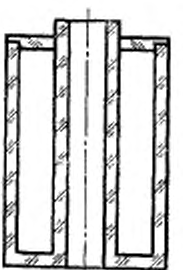
★

©Издательство стандартов, 1979

Датчик (черт. 1) состоит из размещенных в защитной свинцовой оболочке *1* нейтронных счетчиков *5* типа СНМ-11, окруженных замедлителем *2* (органическое стекло по ГОСТ 17622—72 или парафин по ГОСТ 16960—71), загрузочного устройства *4* с цилиндрической полостью кюветы *6*, изотоподержателя с изотопом *3*.



Черт. 1



Черт. 2

Рабочий режим радиометра устанавливают в соответствии с характеристиками применяемых нейтронных счетчиков и требованиями монтажно-эксплуатационной инструкции, утвержденной в установленном порядке. При этом уровень дискриминации выбирается таким, чтобы отношение полезного сигнала, получаемого при измерении стандартного раствора, к фону было наибольшим.

Источник γ-излучения сурьма-124. Смена блока источника должна проводиться под руководством службы радиационного контроля.

Кювета из органического стекла по ГОСТ 17622—72, соответствующая конструкции датчика (черт. 2). Поверку кювет на пригодность проводят следующим образом: в каждой из кювет проводят многократное измерение (не менее 20 раз) бериллийсодержащего раствора (5 г/л бериллия); годными считаются кюветы, для которых отклонение среднего результата измерений (в импульсах в минуту) от среднего расчетного значения всех измерений составляет не более 0,1 г/л.

Секундомер по ГОСТ 5072—72.

Весы аналитические АДВ-200 по ГОСТ 19491—74.

Бокс 8Б-ОС.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

Бериллий металлический.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Универсальная индикаторная бумага.

Стандартный раствор, содержащий 5 г/л бериллия: навеску бериллия массой 25 г помещают в стеклянный стакан вместимостью 2000 мл, смачивают водой и растворяют в 1000 мл соляной кислоты сначала при комнатной температуре, затем при нагревании. Охлажденный раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», разбавляют водой примерно до 4500 мл. В случае, если pH раствора больше 1,0, добавляют соляную кислоту до pH 1,0 по универсальной индикаторной бумаге. Доводят объем раствора водой до 5000 мл, перемешивают, 50 мл раствора помещают в кювету и плотно закрывают.

Содержание бериллия в стандартном растворе устанавливают гравиметрическим методом (разд. 3) выполнением 8—10 определений разными аналитиками. Стандартный раствор хранят в помещении с температурой воздуха 15—28°С в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей.

2.3. Проведение анализа

За 20—30 мин до начала работы включают аппаратуру для прогрева. Измеряют величину фона установки. Навеску лигатуры массой 3—5 г растворяют в 25—30 мл азотной кислоты сначала при комнатной температуре, затем при нагревании. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают. Отбирают 50 мл раствора в кювету и помещают в фотонейтронную установку. Проводят измерение числа нейтронов. В процессе измерения рекомендуется набрать 5—10 тысяч импульсов. Продолжительность измерения определяется активностью источника, содержанием бериллия в анализируемой пробе, чувствительностью установки и не должна превышать 15 мин.

Аналогично проводят облучение и измерение числа нейтронов стандартного раствора. Измерение стандартного раствора проводят не менее трех раз за 6—8 ч.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{n_{пр} \cdot m_{ст}}{n_{ст} \cdot m_{пр}} \cdot 100,$$

где $n_{пр}$, $n_{ст}$ — скорость счета нейтронов от раствора пробы и стандартного раствора за вычетом фона, импульс/мин;

$m_{ст}$ — масса бериллия в 50 мл стандартного раствора, г;

$m_{пр}$ — масса лигатуры в 50 мл анализируемого раствора, г.

2.4.2. Относительное среднее квадратическое отклонение результатов анализа составляет 0,03 при массовой доле бериллия от 4 до 5% и 0,025 при массовой доле от 5 до 12%.

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ ГЕКСАМИНКОБАЛЬТХЛОРИДНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕРИЛЛИЯ

3.1. Сущность метода

Бериллий осаждают в виде комплексной соли состава $[Co(NH_3)_6]\cdot[Be_4O(CO_3)_6]\cdot X\cdot H_2O$, образующейся при взаимодействии карбонатного комплекса бериллия с кобальт (III) гексаминхлоридом. Алюминий, железо, кальций, магний и другие катионы связываются в комплекс с трилоном Б.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Эксикатор типа ЭВ по ГОСТ 6371—73.

Вакуумметр по ГОСТ 8625—77.

Фильтры стеклянные типа ТФ-32 по ГОСТ 9775—69.

Весы аналитические АДВ-200 по ГОСТ 19491—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′. N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 15%-ный раствор: 150 г соли заливают 500 мл воды, перемешивают и в суспензию добавляют аммиак до растворения осадка (pH раствора должен быть 8—9 по универсальной индикаторной бумаге). Раствор фильтруют и разбавляют водой до 1000 мл.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75, раствор, насыщенный при температуре 20– 25°С.

Кобальт (III) гесаминхлорид:

насыщенный раствор: 140 г соли растворяют в 2000 мл воды, нагретой до температуры 70°С, и оставляют на 12 ч при комнатной температуре;

0,2%-ный раствор с pH 8—9; устанавливают pH по универсальной индикаторной бумаге добавлением аммиака.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72.

Эфир этиловый медицинский. Работа с эфиром при наличии открытого огня запрещена.

Промывной раствор: 60 мл этилового спирта разбавляют до 100 мл 0,2%-ным раствором кобальт (III) гексаминхлорида и устанавливают pH 8—9 по универсальной индикаторной бумаге добавлением аммиака.

Универсальная индикаторная бумага.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, калиброванная.

3.3. Проведение анализа

Навеску лигатуры массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 мл и растворяют в 20—25 мл азотной кислоты, добавляя ее небольшими порциями. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

В стакан вместимостью 100 мл отбирают 20 мл исходного раствора, добавляют 5 мл трилона Б, нейтрализуют аммиаком до выпадания гидроокиси бериллия, прибавляют 22 мм углекислого аммония. Раствор нагревают на водяной бане до температуры 40°С, выдерживают до полного растворения выпавшего осадка гидроокиси бериллия, прибавляют 3—4 капли аммиака и осаждают бериллий 12 мл насыщенного раствора кобальт (III) гексамминхлорида, добавляя его по каплям из бюретки и перемешивая раствор стеклянной палочкой. После осаждения обмывают палочку водой, смывая с нее осадок в тот же стакан, разбавляют водой до 100 мл, стараясь струей воды перемешать содержимое стакана, и выдерживают не менее 3—4 ч.

Осадок фильтруют под вакуумом. Фильтры предварительно кипятят в соляной кислоте, промывают под вакуумом водой, спиртом, эфиром, просасывают воздух в течение 15 мин и взвешивают. Осадок переводят на фильтр 0,2%-ным раствором кобальт (III) гексамминхлорида, протирая стенки и дно стакана палочкой с резиновым наконечником. Промывают осадок на фильтре 50—60 мл этого раствора, а затем последовательно по два раза 5 мл промывного раствора, 5 мл спирта, 5 мл эфира. Через 2—3 мин отключают вакуум, помещают фильтр с осадком в эксикатор, на дно которого налит насыщенный раствор хлористого натрия, и выдерживают при разрежении 53320—66650 Па (400—500 мм рт. ст.) в течение 1 ч, после чего взвешивают.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 0{,}0391 \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot 20},$$

где m — масса осадка, г;

0,0391 — коэффициент пересчета с комплексной соли бериллия на бериллий;

m_1 — масса навески лигатуры, г.

3.4.2. Относительное среднее квадратическое отклонение результатов анализа составляет 0,015 при массовой доле бериллия от 4 до 12%.

3.4.3. Гравиметрический метод используют при разногласии в оценке качества лигатуры.

Изменение № 1 ГОСТ 23687.1—79 Лигатура медноберилиевая. Методы определения бериллия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.09.84 № 3334 срок введения установлен

с 01.04.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Разделы 2, 3. Заменить единицы измерения: мл на $см^3$, г/л на $г/дм^3$.

Пункт 2.2. Заменить ссылки: ГОСТ 16960—71 на ГОСТ 23683—79, ГОСТ 5072—72 на ГОСТ 5072—79, ГОСТ 19491—74 на ГОСТ 24104—80, ГОСТ 306—76 на ГОСТ 14919—83.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Относительное среднее квадратическое отклонение составляет 0,03».

Пункт 3.2. Заменить ссылки и слова: ГОСТ 9775—69 и ГОСТ 6371—73 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 19491—74 на ГОСТ 24104—80, «0,2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 2 $г/дм^3$»;

исключить слова: «Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный раствор»;

дополнить абзацем: «Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83».

Пункт 3.3. Четвертый абзац. Заменить слова: «0,2 %-ным раствором» на «раствор с массовой концентрацией 2 $г/дм^3$», «налит насыщенный раствор хлористого натрия» на «налита вода».

Пункт 3.4.2. Исключить слова: «при массовой доле бериллия от 4 до 12 %».

(ИУС № 12 1984 г.)

gost.e-ecolog.ru