Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения бериллия

ГОСТ 3240.21—76

Magnesium alloys.
Method for determination of beryllium

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает люминесцентный метод определения бериллия (при массовой доле от 0,0001 до 0,015 %).

Метод основан на образовании комплекса бериллия с морином при pH 13, флуоресцирующего зеленым цветом. Максимум спектра поглощения бериллиевого комплекса находится около 430—440 нм, а максимум спектра излучения — около 530 нм. Поэтому при использовании флуориметров для измерения интенсивности флуоресценции следует возбуждать флуоресценцию светом от лампы накаливания.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Флюориметр типа КФЛ-2—1 или ИСП 51Ф с приставкой ФЭП-1 с осветителем типа ОИ18.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 20 %-ный раствор.

Смесь комплексообразующих реагентов; готовят следующим образом: в 500 $см^3$ воды последовательно растворяют (после прибавления каждого реактива необходимо хорошо перемешивать) 5 г пиросульфита натрия по ГОСТ 26838, 12,5 г аскорбиновой кислоты, 12,5 г лимонной кислоты по ГОСТ 3652, 75 г трилона Б по ГОСТ 10652 и 60 $см^3$ 20 %-ного раствора гидроокиси натрия. Смесь нагревают до полного растворения всех солей и отфильтровывают. Смесь применяют свежеприготовленную.

Ализариновый синий, 0,1 %-ный раствор; готовят следующим образом: 0,1 г реагента растворяют в смеси 80 $см^3$ этилового спирта по ГОСТ 5962* и 20 $см^3$ воды.

Раствор буферный с pH 13; готовят следующим образом: 28,60 г борной кислоты по ГОСТ 9656 растворяют в 500 $см^3$ горячей воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, прибавляют гидроокиси натрия (раствор 96 г на 400 $см^3$ воды), разбавляют водой до метки, хорошо перемешивают и проверяют pH раствора.

Морин, раствор: готовят следующим образом: 0,02 г реагента растворяют в 100 $см^3$ перегнанного этилового спирта.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

gost.e-ecolog.ru

Стандартный раствор бериллия; готовят следующим образом: 0,2800 г окиси бериллия растворяют в 30 см³ соляной кислоты и разбавляют раствор до 1 дм³ водой. В день применения разбавляют раствор в 100 раз и получают раствор с содержанием бериллия 0,001 мг/см³.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 300 см³, растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, окисляют 3—5 каплями азотной кислоты и выпаривают раствор до небольшого объема и удаления окислов азота. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью в соответствии с табл. 1, разбавляют водой до метки и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора 2 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, затем прибавляют 25 см³ горячей смеси комплексообразующих реагентов, 30 капель ализаринового синего и нейтрализуют 20 %-ным раствором едкого натра до зеленой окраски. После этого прибавляют 25 см³ буферного раствора, 1 см³ раствора морина, доливают водой до метки и перемешивают. Через 10 мин замеряют флуоресценцию на приборе в кювете с толщиной слоя 3 см. Содержание бериллия находят по градуировочному графику.

Таблица 1

Массовая доля бериллия, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см³	Объем аликвотной части, см³
От 0,0001 до 0,001	1	100	2
Св. 0,001 » 0,01	0,20	250	2

3.2. Построение градуировочного графика

В пять стаканов вместимостью по 300 см³ помещают по 1 г магния, добавляют 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 9,0 см³ стандартного раствора с $C = 0{,}001$ мг/см³, что соответствует: 0,001; 0,003; 0,005; 0,007 и 0,009 г бериллия. В шестой стакан стандартный раствор не добавляют, он служит для проведения контрольного опыта. Смесь растворяют и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1. По полученным значениям интенсивности флуоресценции строят градуировочный график за вычетом показаний контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 V_1},$$

где m — количество бериллия, найденное по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части исходного раствора, см³;

m_1 — масса навески сплава, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля бериллия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0001 до 0,0003	0,00003
Св. 0,0003 » 0,001	0,0001
» 0,001 » 0,003	0,0003
» 0,003 » 0,009	0,0005
» 0,009 » 0,015	0,001

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли бериллия от 0,0001 до 0,015 % используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, а также отраслевые стандартные образ-

цы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли индия методом добавок.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889

3. ВЗАМЕН ГОСТ 3240—56, раздел IX в части определения содержания бериллия

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8.315—97	Разд. 5	ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 804—93	Разд. 2	ГОСТ 5962—67	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2	ГОСТ 9656—75	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 10652—73	Разд. 2
ГОСТ 3652—69	Разд. 2	ГОСТ 25086—87	Разд. 5
ГОСТ 4328—77	Разд. 2	ГОСТ 26838—86	Разд. 2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)

gost.e-ecolog.ru