

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 669.35'725:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЛИГАТУРА МЕДНОБЕРИЛЛИЕВАЯ

Спектральный метод определения магния, железа, алюминия, кремния, свинца

Alloy of copper-beryllium. Spectral method of the determination of maqnesium, iron, aluminium, silicon, lead

ГОСТ 23687.2—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 спектральный метод определения магния, железа, алюминия, кремния (при массовой доле каждого от 0,01 до 0,7%) и свинца (при массовой доле свинца от 0,001 до 0,03%) в медноберициевой лигатуре.

Метод основан на возбуждении спектра пробы, предварительно переведенной в окись и смешанной с угольным порошком, в дуге постоянного тока в угольном электроде. Спектр регистрируется на фотопластинку кварцевым спектрографом средней дисперсии. Анализ проводят по методу «трех эталонов».

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф кварцевый типа ИСП-30.

Микрофотометр.

Источник питания дуги постоянного тока (20 А, 300 В).

Весы аналитические типа АДВ-200 по ГОСТ 19491—74.

Виброистиратель на базе вибратора ИВ-19 с набором емкостей и шаров из меди для растирания порошков, изготовленный по технической документации, утвержденной в установленном порядке.

Муфельная печь типа МП-2.

Настольный токарный станок для изготовления угольных электродов типа 16 ТО2П.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

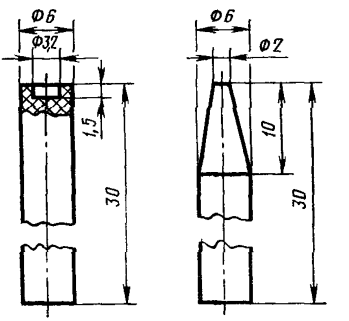
★

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—73, вместимостью 15—30 мл.

Угли спектральные типа С-3, В-3, ОСЧ 7—3.

Электроды: верхние затачивают на токарном станке на усеченный конус с диаметром малого основания 2 мм, нижние изготовляют в форме стаканчика с размером кратера 3,2×1,5 мм (чертеж).



Порошок угольный ОСЧ 7—4.

Фотопластинки спектральные тип 2, ЭС по ГОСТ 10691.0-73.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78.

Алюминия окись безводная.

Бериллия гидроокись.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1.

Хлороформ.

Бериллия окись: 400 г гидроокиси бериллия помещают в термостойкий стакан вместимостью 2000 мл и растворяют 1500 мл уксусной кислоты. Приливают около 300 мл уксусной кислоты и периодически перемешивают в течение 30 мин стеклянной палочкой. После прекращения бурной реакции вводят порциями по 300 мл остальную кислоту. Полученную смесь кипятят до образования кристаллов уксуснокислого бериллия и охлаждают. Выпавшие кристаллы фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера.

Уксуснокислый бериллий с воронки переносят в стакан, в котором проводилось растворение, добавляют 800 мл уксусной кислоты, перемешивают и нагревают. Происходит дорастворение гидроокиси бериллия и промывка полученного уксуснокислого бериллия. После охлаждения выпавшие кристаллы фильтруют под вакуумом и снова переносят в тот же стакан. Кристаллы уксуснокислого бериллия растворяют в 1000 мл хлороформа, раствор фильтруют под вакуумом через двойной фильтр «синяя лента». Фильтрат переводят в склянку с притертой пробкой. Часть фильтрата помещают в кварцевую делительную воронку (на треть объема воронки) и проводят экстракцию примесей соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, при соотношении фаз органической и водной 5 : 1. Экстракцию проводят семь раз, энергично встряхивая воронку в течение 3—5 мин. Органическую фазу порциями по 200 мл трижды промывают водой, очищенной ионообменным спо-

собом, при том же соотношении фаз, помещают в кварцевую колбу вместимостью 1000—2000 мл и упаривают до удаления хлороформа.

Полученный уксуснокислый бериллий растворяют в 500 мл азотной кислоты при нагревании. Раствор переводят в платиновую чашку и упаривают на электрической плитке досуха Затем чашку помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре 900°С в течение 2 ч Окись бериллия ссыпают в полиэтиленовую банку

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73

Железа окись по ГОСТ 4173—77.

Магния окись по ГОСТ 4526—75

Медь марки М-0, М-1 по ГОСТ 859—78 (СТ СЭВ 226—75)

Меди окись: металлическую медь растворяют в азотной кислоте и прокаливают при температуре 600—700°С

Свинца окись по ГОСТ 9199—77.

Смесь для разбавления с массовой долей 10% бериллия и 90% меди: окись бериллия и окись меди растирают на виброистирателе в течение 40—50 мин (при ручном способе приготовления — 90—120 мин).

Проявитель, состоящий из двух растворов

Раствор 1

метол (пара метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5 1177—71	2 г
гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74	10 г
натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195—77	52 г
калий бромистый по ГОСТ 4160—74	2 г
вода	до 1000 мл

Раствор 2·

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79	44 г
вода	до 1000 мл

Одинаковые объемы 1 и 2-го растворов сливают перед проявлением, которое проводят при температуре 20±1°С

Фиксаж следующего состава:

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75	300 г
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72	60 г
натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195—77	45 г
вода	до 1000 мл

Допускается применять другой контрастный проявитель

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка образцов

Навеску лигатуры массой около 1 г растворяют в азотной кислоте, упаривают досуха на плитке и прокаливают в муфельной

печи при температуре 700—800°С в течение 15—20 мин. Полученную смесь смешивают с угольным порошком в отношении 2,5 : 1 на виброистирателе в течение 10—15 мин, при ручном способе приготовления время растирания составляет 20—30 мин.

При массовой доле магния в лигатуре более 0,3% полученную окись предварительно разбавляют смесью для разбавления в 5 раз, после чего смешивают с угольным порошком.

3.2. Приготовление градуировочных образцов

Градуировочные образцы готовят на основе окиси меди и окиси бериллия. Состав и способ приготовления основного градуировочного образца приведены в табл. 1, рабочих градуировочных образцов в табл. 2.

Таблица 1

Наименование реактива	Коэффициент пересчета окисла на металл	Температура прокаливания, °С	Масса окиси, г	Массовая доля элемента, %, к сумме металлов
Меди окись	0,7989	600	9,7259	77,7
Бериллия окись	0,3603	900	2,7753	10,0
Магния окись	0,6031	900	0,4974	3,0
Железа окись	0,6994	800	0,4289	3,0
Алюминия окись	0,5292	1000—1100	0,5669	3,0
Кремния двуокись	0,4674	1000—1100	0,6419	3,0
Свинца окись	0,9283	250	0,0323	0,3

Все компоненты основного градуировочного образца перемешивают на виброистирателе в течение 30—40 мин, при ручном способе приготовления время растирания составляет 90—120 мин.

Таблица 2

Номер рабочего градуировочного образца	Массовая доля примесей в образцах, %, к сумме металлов		Способ приготовления		
	магния, железа, алюминия, кремния	свинца	Номер разбавляемого образца	Масса разбавляемого образца, г	Масса смеси для разбавления, г
—	0,010	0,001	3	2,0030	18,0
2	0,030	0,003	4	2,0089	18,0
3	0,100	0,010	4	8,0358	16,0
4	0,300	0,030	Основной градуировочный образец	3,1341	27,0

Рабочие градуировочные образцы готовят последовательным разбавлением (разбавление рассчитывается по содержанию примесей к сумме металлов) основного градуировочного образца смесью для разбавления и смешивают с угольным порошком в соотношении 2,5 : 1 на виброистирателе в течение 30—40 мин (при ручном способе приготовления — 90—120 мин).

Градуировочные образцы хранят в плотнозакрытых полиэтиленовых, стеклянных банках или бюксах.

Срок хранения — 1 год со дня изготовления.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Анализируемые и градуировочные образцы плотно набивают в электроды. Электрод с анализируемым образцом служит анодом. Фотографирование спектров проводят на спектрографе ИСП-30 при условиях:

сила тока	10—12 А
экспозиция	60 с
входная щель	10—12 мкм
межэлектродный промежуток	2,5 мм
фотопластинки	СП-2, ЭС
система освещения	трехлинзовая

Промежуточную диафрагму выбирают такой, чтобы фон в области 300,0 нм составлял 0,3—0,4 единиц почернения.

На пластинку фотографируют по три спектра проб и градуировочных образцов.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Фотопластинки, проявленные в стандартных условиях, фотометрируют на микрофотометре. Аналитические линии определяемых элементов, линии сравнения и диапазон определяемых концентраций приведены в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Аналитическая, линия, нм	Линия сравнения, медь, нм	Диапазон определяемых концентраций, %
Магний	277,98	276,89	От 0,01 до 0,3
	288,31	276,89	„ 0,03 „ 0,3
Железо	259,96	263,00	„ 0,01 „ 0,3
	258,59	263,00	„ 0,03 „ 0,3
Алюминий	308,22	297,88	„ 0,01 „ 0,3
	266,04	276,89	„ 0,03 „ 0,3
Кремний	251,61	263,00	„ 0,01 „ 0,3
	243,52	240,01	„ 0,03 „ 0,3
Свинец	283,31	276,89	„ 0,001 „ 0,03

По результатам фотометрирования спектров градуировочных образцов строят градуировочные графики в координатах $\lg C - \overline{\Delta S}$, где $\lg C$ — логарифм массовой доли определяемого элемента в градуировочном образце, а $\Delta S = S_{ан} - S_{ср}$ — разность почернений аналитической линии определяемого элемента и линии сравнения, где $\overline{\Delta S}$ — среднее арифметическое разности почернений из трех спектрограмм, полученных для градуировочных образцов.

По графикам и результатам фотометрирования спектров проб находят массовую долю определяемых элементов.

Относительное среднее квадратическое отклонение результатов анализа составляет 0,15.

Массовую долю определяемого элемента (X) в процентах к 1% бериллия вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_n}{C_{Be}},$$

где C_n — массовая доля определяемого элемента в лигатуре, %;

C_{Be} — массовая доля бериллия в лигатуре, %.

СОДЕРЖАНИЕ

3687.1—79 Лигатура медноберилливая. Методы определения бериллия

3687.2—79 Лигатура медноберилливая. Спектральный метод определения магния, железа, алюминия, кремния, свинца

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб 25 06 79 Подп в печ 18 09 79 1,0 п л 0,64 уч-изд л Тир 1000 Цена 3 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, 123557, Новопресненский пер., 3
Тип «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6 Зак 1024

Изменение № 1 ГОСТ 23687.2—79. Лигатура медноберилиевая. Спектральный метод определения магния, железа, алюминия, кремния, свинца

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.

Раздел 2. Заменить единицу измерения: мл на $см^3$;

заменить ссылки: ГОСТ 19491—74 на ГОСТ 24104—80, ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80, ГОСТ 5.1177—71 на ГОСТ 25664—83, ГОСТ 306—76 на ГОСТ 14919—83;

исключить слова: «по ГОСТ 10691.0—73; пара-метиламинофенолсульфат».

(ИУС № 12 1984 г.)

gost.e-ecolog.ru