МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения бериллия

Издание официальное

БЗ 4—98/560

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» (ОАО ВИЛС), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 297 «Материалы и полуфабрикаты из легких сплавов»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 16—99 от 8 октября 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 18 февраля 2000 г. № 41-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11739.3—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 11739.3—82

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Фотометрический метод определения бериллия 1
5 Люминесцентный метод определения бериллия 4
6 Атомно-абсорбционный метод определения бериллия 5
7 Атомно-эмиссионный метод определения бериллия с индукционной плазмой 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения бериллия

Aluminium casting and wrought alloys.
Methods for determination of beryllium

Дата введения 2000—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле бериллия от 0,001 % до 1,0 %), люминесцентный (при массовой доле бериллия от 0,0001 % до 0,001 %), атомно-абсорбционный (при массовой доле бериллия от 0,002 % до 1,0 %) и атомно-эмиссионный с индукционной плазмой (при массовой доле бериллия от 0,00005 % до 0,01 %) методы определения бериллия в алюминиевых литейных и деформируемых сплавах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3652—69 Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4038—79 Никель (II) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин - N, N, N′, N′ - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 22867—77 Аммоний азотнокислый. Технические условия
ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.
3.1.1 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

4 Фотометрический метод определения бериллия

4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси серной, азотной и соляной кислот или в растворе гидроокиси натрия, маскировании мешающих элементов трилоном Б, образовании комплексного

Издание официальное

соединения бериллия с бериллоном IV в присутствии гексаметилентетрамина и измерении оптической плотности раствора при длине волны 536 нм.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3, раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/см^3; готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 плотностью 0,91 г/см^3, раствор 1:1.

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

Никель (II) хлорид 6-водный по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин - N, N, N′, N′ - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 100 г/дм^3.

Гексаметилентетрамин, раствор 250 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, раствор 1:1.

Индикатор феноловый красный, раствор 1 г/дм^3: 0,1 г реагента растворяют в 100 см^3 спирта 1:1.

Бериллон IV, раствор 1 г/дм^3. При необходимости раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента»); готовят перед употреблением.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 10 г/дм^3: 2,5 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 75 см^3 раствора соляной кислоты при нагревании, добавляя 0,5—1 см^3 раствора хлорида никеля (II). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Бериллий, содержащий не менее 99,9 % бериллия.

Стандартные растворы бериллия А, Б, В — по 5.2.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 При массовой доле кремния менее 2 %

Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 раствора серной кислоты, 10 см^3 азотной кислоты и порциями 10 см^3 раствора соляной кислоты, затем навеску растворяют при умеренном нагревании. После растворения раствор выпаривают до появления белых паров серной кислоты, охлаждают, осторожно приливают воду до объема 60 см^3, приливают 5 см^3 азотной кислоты и нагревают в течение 3—5 мин.

Таблица 1

Массовая доля бериллия, %	Масса навески пробы, г	Вместимость мерной колбы, см^3	Объем аликвотной части раствора, см^3	Объем раствора алюминия, см^3	Объем раствора трилона Б, см^3
От 0,001 до 0,01 включ.	1	250	25	—	20
Св. 0,01 » 0,10 »	1	250	5	—	5
» 0,10 » 1,0 »	0,2	500	5	2	5

4.3.2 При массовой доле кремния более 2 %

Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1 помещают в серебряную или никелевую чашку или в стакан из фторопласта, приливают 5—6 см^3 воды, затем при постоянном охлаждении, небольшими порциями, приливают 20 см^3 раствора гидроокиси натрия. В процессе растворения чашку или стакан прикрывают крышкой. После прекращения бурной реакции раствор осторожно нагревают и добавляют по каплям пероксид водорода до полного растворения пробы. Затем крышку и стенки чашки или стакана ополаскивают 20—25 см^3 воды, раствор выпаривают до густой сиропообразной консистенции, остаток растворяют при нагревании в 30 см^3 воды, охлаждают, переносят в низкий стакан вместимостью 400 см^3, содержащий 20 см^3 раствора серной кислоты и 5 см^3 азотной кислоты. Раствор выпаривают до появления белых паров серной кислоты, охлаждают, соли растворяют при нагревании в 60 см^3 воды и затем приливают 5 см^3 азотной кислоты.

4.3.3 Раствор, полученный одним из указанных в 4.3.1, 4.3.2 способов, если он непрозрачный, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в стакан вместимостью 250 см^3. Осадок на фильтре промывают 6—8 раз горячей водой (основной раствор). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3—5 мин. После охлаждения к остатку добавляют пять капель раствора серной кислоты, 5—10 см^3 фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (приблизительно 1 см^3) до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха, приливают к сухому остатку пять капель раствора серной кислоты, 5—6 см^3 горячей воды и растворяют его при умеренном нагревании; этот раствор присоединяют к основному раствору. Если раствор содержит нерастворимый остаток, то его отфильтровывают через плотный фильтр («синяя лента») небольшого размера в стакан с основным раствором, фильтр 3—4 раза промывают горячей водой.

Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью в соответствии с таблицей 1, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.4 Аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1 переносят в стакан вместимостью 250 см^3, в соответствии с таблицей 1 приливают растворы алюминия и трилона Б.

В стакан при перемешивании приливают воду до объема 45—50 см^3, добавляют две капли раствора фенолового красного, по каплям раствор аммиака до появления красной окраски, затем пять капель раствора соляной кислоты и кипятят в течение 5 мин.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора бериллона IV, 25 см^3 раствора гексаметилентетрамина, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.5 Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин при длине волны 536 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по 4.3.1 — 4.3.4, применяя вместо навески пробы навеску алюминия, содержащего не более 0,005 % бериллия.

Массу бериллия определяют по градуировочному графику.

4.3.6 Построение градуировочного графика

В восемь стаканов вместимостью 250 см^3 каждый приливают по 10 см^3 раствора алюминия и по 20 см^3 раствора трилона Б при массовой доле бериллия до 0,1 %; по 2 см^3 раствора алюминия и по 5 см^3 раствора трилона Б при массовой доле бериллия свыше 0,1 %.

В семь из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0,000001; 0,0000025; 0,000005; 0,0000075; 0,00001; 0,000015; 0,00002 г бериллия. Растворы разбавляют водой до объема 45—50 см^3 и далее поступают по 4.3.4 и 4.3.5. Раствор, не содержащий бериллия, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам бериллия строят градуировочный график.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю бериллия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m — масса бериллия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

4.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля бериллия	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,0010 до 0,0025 включ.	0,0005	0,0006
Св. 0,0025 » 0,0050 »	0,0008	0,0010
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0015	0,0020
» 0,010 » 0,030 »	0,0025	0,003
» 0,030 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,25 »	0,015	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,07

5 Люминесцентный метод определения бериллия

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, установлении в растворе pH (13,0±0,2), образовании комплексного соединения с морином, возбуждении флуоресценции при длине волны 430 нм и измерении флуоресценции комплекса при длине волны 520 нм.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр.

Флуориметр лабораторный типа «Квант».

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 200 г/дм^3 и 50 г/дм^3. Растворы готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота аскорбиновая.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Соль динатриевая этилендиамин - N, N, N′, N′ - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Калий сернистокислый (пиро) или натрий сернистокислый (пиро).

Смесь комплексообразующих веществ: в 80—90 см^3 воды, нагретой до температуры 50—60 °С, растворяют последовательно 1 г калия или натрия сернистокислого (пиро), 2,5 г аскорбиновой кислоты, 2,5 г лимонной кислоты, 5 г трилона Б. Если трилон Б полностью не растворится, то прибавляют медленно, по каплям при перемешивании, раствор гидроокиси натрия 200 г/дм^3 до полного растворения. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до объема 100 см^3 и перемешивают. Смесь готовят в день употребления.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Морин, раствор 0,2 г/дм^3: 0,02 г морина растворяют в 100 см^3 этилового спирта (основной раствор). Перед употреблением 10 см^3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Буферный раствор pH (13,0±0,2): 28,60 г борной кислоты растворяют в 500 см^3 горячей воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают раствор гидроокиси натрия (96 г гидроокиси натрия, растворенной в 400 см^3 воды), охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают. pH раствора проверяют на pH-метре.

Ализариновый синий: 0,1 г реагента растворяют в смеси 80 см^3 этилового спирта и 20 см^3 воды.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Бериллий, содержащий не менее 99,9 % бериллия.

Стандартные растворы бериллия.

Раствор А: 0,1 г металлического бериллия помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 50 см^3 воды, 50 см^3 раствора соляной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г бериллия.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,00001 г бериллия.

Раствор В: 10 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см^3 раствора содержит 0,000001 г бериллия.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 50 см^3 раствора соляной кислоты, растворяют при умеренном нагревании, по окончании растворения добавляют 3—5 капель азотной кислоты и выпаривают до объема 15—20 см^3. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Если раствор непрозрачный, его фильтруют через плотный фильтр («синяя лента») в сухую колбу, аликвотную часть раствора 1 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, приливают 3—4 см^3 воды, 2,5 см^3 смеси комплексообразующих веществ, пять

капель ализаринового синего, нейтрализуют предварительно установленным объемом раствора гидроокиси натрия 200 г/дм^3. Затем добавляют по каплям раствор гидроокиси натрия 50 г/дм^3 до появления сине-зеленой окраски от одной капли раствора, приливают 5 см^3 буферного раствора, 1 см^3 раствора морина, доливают водой до метки и перемешивают.

Интенсивность флуоресценции измеряют через 5 мин, но не позднее чем через 50 мин в кювете с толщиной слоя 20 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по 5.3.1 со всеми используемыми в ходе анализа реактивами.

Массу бериллия определяют по градуировочному графику.

5.3.2 Построение градуировочного графика

В восемь стаканов вместимостью 250 см^3 каждый помещают навески алюминия массой по 0,5 г, в семь из них отмеряют 0,5; 1,5; 2,5; 3,5; 5,0; 7,0; 10,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0,0000005; 0,0000015; 0,0000025; 0,0000035; 0,000005; 0,000007; 0,00001 г бериллия. Навески растворяют в 50 см^3 раствора соляной кислоты и далее поступают по 5.3.1.

По полученным значениям интенсивности флуоресценции растворов и соответствующим им массам бериллия строят градуировочный график.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю бериллия X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

где m — масса бериллия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы, г.

5.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

В процентах

Массовая доля бериллия	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00003	0,00005
Св. 0,0003 » 0,0010 »	0,0001	0,0001

6 Атомно-абсорбционный метод определения бериллия

6.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода и измерении атомной абсорбции бериллия при длине волны 234,9 нм в пламени ацетилен-закись азота.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для бериллия.

Печь муфельная.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, растворы 1:1 и 1:99.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель (II) хлорид 6-водный по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм^3.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм^3: 10 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 300 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при нагревании, добавляя 1 см^3 раствора хлорида никеля (II). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Бериллий, содержащий не менее 99,9 % бериллия.

Стандартные растворы бериллия А и Б — по 5.2.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 30 см^3 воды и осторожно, порциями, 30 см^3 раствора соляной кислоты 1:1. Колбу умеренно нагревают до растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят в течение 3—5 мин.

6.3.1.1 Если раствор прозрачный, его охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

6.3.1.2 Если остается осадок, указывающий на наличие кремния, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3 через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают осадок на фильтре 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 5—10 см^3 (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3—5 мин. После охлаждения в тигель добавляют пять капель серной кислоты, 10 см^3 фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (приблизительно 1 см^3) до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха, охлаждают, приливают к сухому остатку 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют его при умеренном нагревании. После охлаждения раствор присоединяют к основному раствору (при необходимости предварительно фильтруют) в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

6.3.2 При массовой доле бериллия до 0,05 % для атомно-абсорбционного измерения используют весь раствор.

При массовой доле бериллия свыше 0,05 % аликвотную часть раствора 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

6.3.3 Раствор контрольного опыта готовят по 6.3.1, 6.3.2, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

6.3.4 Построение градуировочных графиков

6.3.4.1 При массовой доле бериллия от 0,002 % до 0,05 %

В семь мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая приливают по 50 см^3 раствора алюминия и в три из них отмеряют 2,0; 5,0 и 7,5 см^3 стандартного раствора Б, а в следующие три — 1,0; 2,5 и 5,0 см^3 стандартного раствора А, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,000075; 0,0001; 0,00025; 0,0005 г бериллия.

6.3.4.2 При массовой доле бериллия свыше 0,05 %

В шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая приливают по 2,5 см^3 раствора алюминия, по 10 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и в пять из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора А, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0005 г бериллия.

6.3.4.3 Растворы, полученные по 6.3.4.1, 6.3.4.2, доливают водой до метки и перемешивают.

6.3.5 Растворы пробы, контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-закись азота и измеряют атомную абсорбцию бериллия при длине волны 234,9 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям бериллия строят градуировочный график в координатах: «Значение атомной абсорбции — массовая концентрация бериллия, г/см^3». Раствор, в который не введен бериллий, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика.

Массовую концентрацию бериллия в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю бериллия X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(C_1 - C_2)\,V}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где C_1 — массовая концентрация бериллия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — массовая концентрация бериллия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы или масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

6.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

В процентах

Массовая доля бериллия	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,0020 до 0,0050 включ.	0,0008	0,0010
Св. 0,005 » 0,010 »	0,001	0,002
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,003
» 0,030 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,03	0,05
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,07

7 Атомно-эмиссионный метод определения бериллия с индукционной плазмой

7.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода, распылении раствора в факел индукционной плазмы, измерении интенсивности излучения бериллия при длине волны 234,8 нм.

7.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектроанализатор с индукционной плазмой (монохроматор, полихроматор).

Печь муфельная.

Аргон по ГОСТ 10157 марки А.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, растворы 1:1, 1:99.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель (II) хлорид 6-водный по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм^3.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм^3, готовят по 6.2.

Бериллий, содержащий не менее 99,9 % бериллия.

Стандартные растворы бериллия.

Растворы А, Б, В — по 5.2.

Раствор Г: 10 см^3 раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0000001 г бериллия.

Растворы В и Г готовят перед употреблением.

7.3 Проведение анализа

7.3.1 Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 воды, 20 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и умеренно нагревают до растворения навески. Затем снимают часовое стекло или воронку, приливают 1 см^3 пероксида водорода, обмывают стенки колбы 20 см^3 воды, перемешивают и кипятят раствор в течение 3—5 мин.

7.3.1.1 Если раствор прозрачный, его охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

7.3.1.2 Если остается осадок, указывающий на наличие кремния, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3 через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают осадок на фильтре 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 5—10 см^3 (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3—5 мин. После охлаждения в тигель добавляют пять капель серной кислоты, 10 см^3 фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (приблизительно 1 см^3) до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха, охлаждают, приливают к сухому остатку 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют

его при умеренном нагревании. После охлаждения раствор присоединяют к основному раствору (при необходимости предварительно фильтруют) в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

7.3.2 Раствор контрольного опыта готовят в соответствии с 7.3.1, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

7.3.3 Построение градуировочных графиков

7.3.3.1 При массовой доле бериллия от 0,00005 % до 0,001 %

В семь мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая приливают по 25 см^3 раствора алюминия и в две из них отмеряют 2,5; 5,0 см^3 стандартного раствора Г, в следующие четыре — 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,001 % бериллия.

7.3.3.2 При массовой доле бериллия от 0,001 % до 0,01 %

В семь мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая приливают по 25 см^3 раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,001; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,01 % бериллия.

7.3.3.3 Растворы, полученные по 7.3.3.1 и 7.3.3.2, доливают водой до метки и перемешивают.

7.3.4 Растворы пробы, контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в факел плазмы и измеряют сигнал атомной эмиссии при длине волны 234,8 нм. Перед каждым измерением пробы систему промывают раствором соляной кислоты 1:99.

По полученным значениям сигналов атомной эмиссии градуировочных растворов за вычетом сигнала раствора, в который не введен бериллий, строят градуировочный график в координатах: «Значение атомной эмиссии — массовая доля бериллия, %».

7.4 Обработка результатов

7.4.1 Массовую долю бериллия X_3, %, определяют по градуировочному графику, используя разность значений сигналов атомной эмиссии в растворе пробы и растворе контрольного опыта.

7.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5

В процентах

Массовая доля бериллия	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,00005 до 0,00010 включ.	0,00002	0,00002
Св. 0,00010 » 0,00030 »	0,00003	0,00005
» 0,00030 » 0,00060 »	0,00005	0,00007
» 0,00060 » 0,00100 »	0,00007	0,00010
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0002	0,0003
» 0,0030 » 0,0060 »	0,0004	0,0006
» 0,006 » 0,010 »	0,001	0,002

УДК 669.715.001.4:006.354 МКС 77.120.10 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: сплавы алюминиевые, методы определения бериллия, реактивы, растворы, анализ

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 11.04.2000. Подписано в печать 30.05.2000. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 300 экз. С 5198. Зак. 502.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru