

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ
Метод определения бериллия

Non-tin bronze.
Method for the determination of beryllium

ГОСТ
15027.13—77
(СТ СЭВ 1536—79)

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.79
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения бериллия (при массовой доле бериллия от 1,5 до 2,5%) в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175—78.

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 перекисью водорода.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка электролизная с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563—75.

pH-метр.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и раствор 100 г/см³.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74 раствор 2 моль/дм³; готовят следующим образом: 26,5 г фосфорнокислого аммония растворяют в 100 см³ воды.

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

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор 2 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N', N' -тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 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 см³, 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 см³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор 150 г/дм³.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 10 г/дм³.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, свежеприготовленный раствор 100 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Раствор для промывания (рН 5,2); готовят следующим образом: 15 см³ раствора уксуснокислого аммония разбавляют водой до объема 1000 см³ и, добавляя уксусную кислоту, доводят рН раствора до 5.2 ± 0.05 .

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор кипятят для удаления окислов азота, охлаждают, добавляют 7 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, 100 см³ воды и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1—77.

По окончании электролиза раствор упаривают до 100 см³, прибавляют 3 см³ раствора трилона Б (при анализе бронз, содержащих титан, 5 см³ перекиси водорода) и устанавливают рН раствора 1,5 аммиаком по индикаторной бумаге или на рН-метре.

Раствор нагревают до кипения и кипятят 3 мин. Затем раствор охлаждают, добавляют 10 см³ раствора фосфорнокислого аммония, доводят рН раствора до 5,2 раствором уксуснокислого ам-

мония, 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 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°C в течение 1 ч до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 15 см³ азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления оксидов азота и охлаждают.

Стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 40—50 см³ раствора трилона Б, 15 см³ раствора фосфорнокислого аммония (100 г/дм³) и раствора аммиака по каплям до появления не исчезающей мути. Затем приливают к раствору 25 см³ 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 0,1%.

4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, в соответствии с ГОСТ 25086—87.

4.3, 4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**ИСПОЛНИТЕЛИ**

Ю. Ф. Шевакии, д-р техн. наук; Н. В. Егизарова; И. А. Воробьева

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 пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	Разд. 2
ГОСТ 3117—78	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 3765—78	Разд. 2
ГОСТ 3772—74	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 6563—75	Разд. 2
ГОСТ 10652—73	Разд. 2
ГОСТ 10929—76	Разд. 2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 22867—77	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	1.1, 4.4

6. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 25.03.88 № 758**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.12.90 № 3138

Дата введения 01.07.91

Наименование стандарта. Заменить слово: «метод» на «методы».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение: СТ СЭВ 1541—79 на СТ СЭВ 1541—89.

Вводную часть изложить в новой редакции: «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—78».

Стандарт дополнить абзацами (перед разд. 2): «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 тигана его маскируют пероксидом водорода».

Раздел 2. Пятый абзац. Исключить слова: «и раствор 100 г/см³»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74, раствор 100 г/дм³».

двенадцатый абзац. Заменить слова: «Перекись водорода» на «Водород перексид»;

семнадцатый абзац. Заменить слово: «алюминий» на «аммоний».

Пункт 3.1. Третий абзац после слов «раствором для промывания» дополнить значением: (рН 5,2)».

Пункт 4.3. Заменить значение: 0,1 % на 0,07 %.

Пункт 4.4 после слов «в установленном порядке» дополнить словами: «или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом».

Стандарт дополнить разделом — 5:

«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—77, разбавленная 1:1.

Бериллия сульфат ($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$).

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.

(Продолжение см. с. 68)

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

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

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—87».