

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 см³ воды последовательно растворяют (после прибавления каждого реагента 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 см³ 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 см³ этилового спирта по ГОСТ 5962* и 20 см³ воды.

Раствор буферный с pH 13; готовят следующим образом: 28,60 г борной кислоты по ГОСТ 9656 растворяют в 500 см³ горячей воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, прибавляют гидроокись натрия (раствор 96 г на 400 см³ воды), разбавляют водой до метки, хорошо перемешивают и проверяют pH раствора.

Морин, раствор: готовят следующим образом: 0,02 г реагента растворяют в 100 см³ перегнанного этилового спирта.

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



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 аликовитную 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, см ³	Объем аликовитной части, см ³
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 $C = 0,001 \text{ мг/см}^3$, 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

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

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

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликовитной 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-

С. 3 ГОСТ 3240.21—76

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)