



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ЛИГАТУРА МЕДНОБЕРИЛЛИЕВАЯ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 23687.1-79, ГОСТ 23687.2-79

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

ЛИГАТУРА МЕДНОБЕРИЛЛИЕВАЯ

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

**ГОСТ
23687.2—79**

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

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 меднобериллиевой 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 Т02П.



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 $3,2 \times 1,5$ 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.

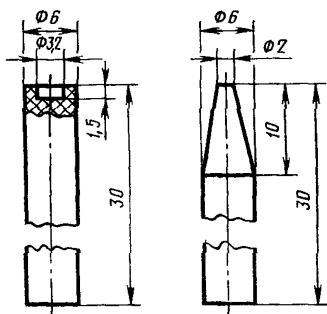
Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

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°C 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°C.

Свинца окись по ГОСТ 9199—77.

Смесь для разбавления с массовой долей 10% бериллия и 90% меди: окись бериллия и окись меди растирают на вибростирателе 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 $20 \pm 1^\circ\text{C}$.

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°C 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 плотно закрытых 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, нм | Диапазон определяемых концентраций, % | |
|----------------------|-------------------------|---------------------|---------------------------------------|------|
| | | | От | до |
| Магний | 277,98 | 276,89 | 0,01 | 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 $\overline{\Delta S} = S_{\text{ан}} - S_{\text{ср}}$ — 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

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

где C_n — массовая доля определяемого элемента в лигатуре, %;
 C_{Be} — массовая доля бериллия в лигатуре, %.

СОДЕРЖАНИЕ

- 3687.1—79 Лигатура меднобериллиевая. Методы определения бериллия
- 3687.2—79 Лигатура меднобериллиевая. 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 меднобериллиевая. 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 см³;

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.)