

Изменение № 3 ГОСТ 15027.13—77 Бронзы безоловянные. Метод определения бериллия

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».