

铜及铜合金化学分析方法 铍量的测定

Copper and copper alloys—Determination of beryllium content

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中铍含量的测定方法。

本标准适用于铜及铜合金中铍含量的测定。测定范围：1.50%~2.50%。

2 引用标准

下列标准包括的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试料以硝酸溶解，电解分离铜。用过氧化氢、乙二胺四乙酸络合钛、铁、镍、镁、铝等共存元素，磷酸氢二铵沉淀铍。经过滤、烘干、灰化，于 850℃ 灼烧为焦磷酸铍，用重量法进行测定。

4 试剂

4.1 尿素。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 硫酸(1+1)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 氨水(1+1)。

4.6 过氧化氢(30%)。

4.7 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ 溶液(100 g/L)。

4.8 乙酸铵 $(\text{CH}_3\text{COONH}_4)$ 溶液(200 g/L)。

4.9 硝酸铵溶液(500 g/L)。

4.10 硝酸铵溶液(20 g/L)。

4.11 乙二胺四乙酸溶液(100 g/L)：称取 25 g 乙二胺四乙酸于 300 mL 烧杯中，加约 200 mL 热水，在搅拌下滴加氨水至完全溶解。煮沸 3~5 min，冷至室温。过滤，以水稀释至 250 mL。

4.12 硝酸银溶液(1 g/L)。

4.13 溴甲酚绿乙醇溶液(0.4 g/L)。

注：本章所用 4.7~4.11 条试剂，须过滤后使用。

5 仪器

- 5.1 电解分析仪。
5.2 铂网电极及铂螺旋电极。

6 分析步骤

注意:铍及其化合物均系有毒物质。使用和操作时应特别小心! 最终沉淀物应妥善处理。

6.1 试料

称取 1.000 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.2 测定

6.2.1 将试料(6.1)置于 250~300 mL 高型烧杯中,加入 10 mL 硝酸、5 mL 硫酸,盖上表皿,加热至试料完全溶解。煮沸 3~5 min,除去氮的氧化物,以水洗涤表皿及杯壁。

6.2.2 加入 5 mL 硝酸铵溶液(4.9)。加水至约 100 mL,加热 50~60℃。以铂网电极为阴极,铂螺旋电极为阳极,在搅拌下进行电解。先以 0.5A 电流电解 5 min,加入 0.2 g 尿素(以少量水吹洗),将电流增至 2A,电解至溶液蓝色消失。1 h 后用少量水吹洗表皿、杯壁及电极网上部,继续电解 15~20 min,直至新浸入的铂网电极上不再有铜析出为止。在不切断电源的情况下,边提出电极边用水洗。

6.2.3 将溶液蒸发至 90~100 mL(如有沉淀则过滤。若试样中含钛,则加 3 mL 过氧化氢),加 10 mL 乙二胺四乙酸溶液,加热煮沸 2~3 min,冷却,加 15 mL 磷酸氢二铵溶液。用氨水中和至溶液混浊,滴加盐酸至溶液澄清,并过量 3 滴。在搅拌下加入 15 mL 乙酸铵溶液(此时往溶液中加入 3 滴溴甲酚绿乙醇溶液,溶液应呈蓝色,含钛时为蓝绿色)。将溶液置于沸水浴中,并不断进行搅拌,使絮状沉淀转变为晶形沉淀。保温 10~20 min,放置 4~5 h。

6.2.4 沉淀用慢速定量滤纸并加少量纸浆过滤。用温热的硝酸铵溶液(4.10)洗涤烧杯及沉淀 4~5 次,并用滤纸擦拭玻璃棒及杯壁,使沉淀完全转移到漏斗中,继续洗涤滤纸和沉淀 7~8 次(直至无氯离子,用硝酸银检验)。

6.2.5 将含有沉淀的滤纸,移入已恒重的坩埚中,烘干、灰化,移入高温炉中灼烧,于 850℃ 下保温 1.5~2 h。取出,稍冷后放入干燥器中。于天平室内放置 2 h,称量。并反复灼烧至恒重。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铍的百分含量:

$$\text{Be}(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.0939}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_2 ——坩埚及沉淀的质量, g;

m_1 ——坩埚的质量, g;

m_0 ——试料的质量, g;

0.0939——焦磷酸铍换算成铍的系数。

所得结果表示至二位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于 0.05%。