

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.1—20XX

铍合金化学分析方法 第1部分：铍含量的测定 氟化钾滴定法

Methods for chemical analysis of beryllium alloy—
Part 1: Determination of beryllium content—
Potassium fluoride titration

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为YS/T ××××《镀合金化学分析方法》的第1部分，YS/T ××××已发布以下部分：

- 第1部分：镀含量的测定 氟化钾滴定法；
- 第2部分：银、钴和锗含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 惰气熔融红外吸收法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、五矿铝业股份有限公司、富蕴恒盛铝业有限责任公司、宁夏中色新材料有限公司。

本文件主要起草人：白英丽、王佳丽、莫蓉、马肖、孙洪涛、温亚勇、谢奕斌、张新辉、冉梦璇、杨玉琼。

引 言

铍合金（铍质量分数范围：60%~65%）具有质量轻、高强度、高比刚度、优异的尺寸稳定性和减振降噪作用，且热膨胀系数低、导热性能良好等诸多优良特征，是国防和航空航天惯性导航系统、飞行器光电系统及其电子器件等结构支撑的重要选材之一，是当前及未来航空航天领域中必不可少的关键材料。因此，通过实验研究建立一套完整、切实可行的铍合金化学成分分析的方法标准十分必要。

YS/T ××××拟由5部分组成：

- 第1部分：铍含量的测定 氟化钾滴定法；
- 第2部分：银、钴和锆含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 惰气熔融红外吸收法。

本系列方法填补了国内在铍合金检验领域的空白，对提升铍合金材料研发、应用与生产，提供有力支撑。

铍合金化学分析方法

第1部分：铍含量的测定

氟化钾滴定法

警示——铍合金样品有全身性毒作用。本文件并未指出所有可能出现的安全问题。使用本文件的人员应有正规实验室工作的经验。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合有关国家法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了铍合金中铍含量的测定方法。

本文件适用于铍合金中铍含量的测定。测定范围：50.00%~70.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料经硫酸-硝酸分解。用乙二胺四乙酸二钠络合铝、铁离子及其他离子，在氨性溶液中，使铍生成氢氧化铍沉淀，将分离净化的沉淀用盐酸溶解，以酚酞为指示剂，调整pH值，加入氟化钾溶液，析出等当量的碱，用盐酸标准溶液滴定，计算得出样品中铍含量。

5 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682的实验室二级水。

5.1 硝酸铵。

5.2 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)。

5.3 硫酸 ($\rho=1.84$ g/mL)。

5.4 盐酸 ($\rho=1.19$ g/mL)。

- 5.5 氨水 ($\rho=0.91$ g/mL)。
- 5.6 硫酸 (1+1)。
- 5.7 盐酸 (1+4)。
- 5.8 盐酸 (1+99)。
- 5.9 氢氧化钠溶液 (400 g/L)。
- 5.10 氢氧化钠溶液 (20 g/L)。
- 5.11 酚酞-乙醇溶液 (10 g/L)。
- 5.12 乙二胺四乙酸二钠溶液 (150 g/L)。
- 5.13 硝酸铵洗液 (10g/L): 称取 10 g 硝酸铵 (5.1) 于 1 000 mL 烧杯中, 加入 800 mL 水, 用氨水 (5.5) 调节 pH 为 9.6~10, 转移至 1 000 mL 容量瓶中, 以水定容, 混匀, 待用。
- 5.14 氟化钾溶液 (250 g/L): 称取 250 g 氟化钾, 置于盛有 800 mL 水的 1 500 mL 烧杯中, 加入 2~3 滴酚酞-乙醇溶液 (5.11), 用氢氧化钠溶液 (5.10) 及盐酸标准滴定溶液 (5.16) 中和到红色刚刚消失, 移入 1 000 mL 聚乙烯容量瓶中, 用水稀释至 1 000 mL, 混匀。
- 5.15 铍标准贮存溶液: 称取 19.641 8 g 四水合硫酸铍 ($w_{\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}} \geq 99.99\%$), 置于 150 mL 烧杯中, 加水溶解, 加入 50 mL 硝酸 (5.2), 移入 1 000 mL 聚乙烯容量瓶中。用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铍。
- 5.16 盐酸标准滴定溶液
- 5.16.1 盐酸标准滴定溶液的配制: 移取 2.00 mL 盐酸 (5.4) 置于盛有水的 2 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。
- 5.16.2 盐酸标准滴定溶液的标定: 移取 10.00 mL 铍标准贮存溶液 (5.15) 于 150 mL 烧杯中, 按 7.4.2~7.4.3 操作步骤, 以公式 (1) 计算盐酸标准滴定溶液浓度。平行标定三份, 其极差值不大于 1×10^{-3} mol/L 时, 取平均值, 否则重新标定。随同试验做空白试验。

$$c = \frac{\rho_0 \cdot V_1}{(V_2 - V_0) \times 9.012} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c —— 盐酸标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- ρ_0 —— 移取铍标准溶液的质量浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);
- V_1 —— 移取铍标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_2 —— 标定中所消耗盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_0 —— 标定空白溶液时所消耗盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- 9.012 —— 铍的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol)。

计算结果保留四位有效数字, 数字修约按 GB/T 8170 规定执行。

6 样品

样品可以是碎屑状或粉状, 屑样单片尺寸不大于 5 mm×5 mm。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.20 g 样品，精确至 0.000 1 g。

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 分析试液的制备

7.4.1 将试料（7.1）置于 150 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 8 mL 硫酸（5.6），5 mL 硝酸（5.2）加热至试料溶解完全，冷却，转移至 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

7.4.2 分取 10.00 mL 试液于 150 mL 烧杯中，加入 15 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液（5.12），以水稀释至 60 mL，加热煮沸 5 min，加入 5 g 硝酸铵（5.1），用氨水（5.5）调节 pH 为 9.6~10 至氢氧化铍沉淀完全。沉淀放置 2 h（或过夜）后，用中速定量滤纸过滤，用硝酸铵洗液（5.13）洗涤烧杯 3 次~4 次，洗涤沉淀 3 次~4 次。沉淀用热盐酸（5.7）溶解至 250 mL 锥形瓶中，再用热盐酸（5.8）洗涤滤纸 3 次~4 次。

7.4.3 在盛放试液的 250 mL 锥形瓶中加入 5 滴酚酞指示剂（5.11），用氢氧化钠溶液（5.9）调至溶液呈红色，放置 5 min，用盐酸标准滴定溶液（5.16）调至无色，加入 25 mL 氟化钾溶液（5.14），用盐酸标准滴定溶液（5.16）在充分摇动下滴定至刚呈红色，不再返红时，即为终点。

8 试验数据处理

铍的含量以铍质量分数 w_{Be} 计，按公式（2）计算：

$$w_{Be} = \frac{c \cdot (V_3 - V_4) \times 9.012}{m \times 1\,000} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

式中：

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_3 ——滴定试料溶液所消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_4 ——滴定空白试验溶液所消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量，单位为克（g）；

9.012——铍的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

计算结果保留至小数点后两位，数字修约按 GB/T 8170 规定执行。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，精密度原始数据参见附录 A，在表 1 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）情况不超过 5%。重复性限（ r ）按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据数据见附录 A。

表 1 重复性限

$w_{Be}/\%$	56.38	61.70	66.20
$r/\%$	0.56	0.90	1.36

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2 允许差

$w_{Be}/\%$	>50.00~70.00
允许差/%	2.00

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 测定结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2020 年由 3 家实验室分别对铍含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室分别对每个水平的铍含量在重复性条件下独立测定 11 次。测量的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

元素	实验室	水平数	w/% (n=11)										
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Be	1	1	56.15	56.70	56.40	56.54	56.29	56.51	56.13	56.10	56.28	56.45	56.60
		2	62.15	61.81	61.95	62.12	62.05	61.51	61.52	61.45	61.31	60.45	61.34
		3	66.77	66.67	66.51	66.86	65.94	66.04	66.38	66.11	65.68	65.89	65.35
	2	1	55.74	55.53	55.72	55.44	55.47	55.39	55.10	55.37	55.15	55.04	55.21
		2	61.90	61.34	61.50	61.48	61.05	61.53	60.83	61.27	61.61	61.37	61.52
		3	65.98	66.19	65.30	65.99	66.28	65.56	66.75	65.94	66.10	66.20	66.18
	3	1	55.11	55.75	56.11	55.48	55.71	55.76	55.69	55.57	55.56	55.64	55.71
		2	61.32	61.09	60.97	61.52	61.12	61.22	60.81	60.36	61.04	60.63	60.78
		3	65.39	66.32	65.27	65.75	65.52	66.10	65.53	65.14	65.32	65.59	65.35