

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ****Методы определения бора****ГОСТ****11739.2—90**Aluminum casting and wrought alloys
Methods for determination of boron

ОКСТУ 1709

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения бора с 1,1'-диантримидом (при массовой доле бора от 0,001 до 0,5% и от 0,0001 до 0,001%)

1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением

1.1.1 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА**2.1 Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в растворе гидроокиси натрия, образовании голубого комплекса бора с 1,1'-диантримидом в концентрированной серной кислоте при температуре $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$ и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 630 нм

2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Шкаф сушильный с терморегулятором

Аппарат кварцевый для перегонки воды

Пробирки кварцевые с притертymi пробками

Вода, дважды перегнанная в кварцевом аппарате (тридистиллят для приготовления растворов и проведения анализа), хранят в полиэтиленовой посуде

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 250 г/дм³. Раствор готовят и сохраняют в полиэтиленовой посуде.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³, свободная от следов азотной кислоты (проба кислоты в присутствии дифениламина не окрашивается в синий цвет) и раствор 0,5 моль/дм³.

Дифениламин по ГОСТ 5825.

1,1'—диантримид по ТУ 6—09—1508, раствор: 0,10 г 1,1'—диантримида растворяют в 200 см³ серной кислоты в сухой склянке с притертой пробкой. Склянку предварительно сушат в сушильном шкафу при температуре 100—110°C с последующим охлаждением.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Стандартные растворы бора.

Раствор А: 0,5715 г борной кислоты (х. ч. или ос. ч.) растворяют при нагревании в 500 см³ раствора серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают тем же раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г бора.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г бора.

Растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

2.3. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа приблизительно 1 г стружки пробы промывают два раза этиловым спиртом порциями по 25 см³ и высыпают в сушильном шкафу при температуре (105+5)°C в течение 15—20 мин.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 помещают в кварцевую коническую колбу вместимостью 250 см³ или стакан из фторопласта вместимостью 200 см³, приливают раствор гидроксида натрия согласно табл. 1, 10 см³ тридистиллята и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 1

Массовая доля бора, %	Масса навески пробы, г	Объем раствора гидроксида натрия, см ³	Объем серной кислоты для нейтрализации, см ³	Объем аликоголовой части раствора, см ³
От 0,001 до 0,01 включ.	0,5	20	40	4
Св. 0,01 > 0,1 >	0,25	10	20	2
> 0,1 > 0,5 >	0,1	10	20	2

После полного растворения пробы в колбу добавляют еще 10 см³ тридистиллята и осторожно нейтрализуют раствор серной кислотой согласно табл. 1, добавляя ее маленькими порциями из пипетки по стенкам колбы.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают тридистиллятом до метки и перемешивают.

2.4.2. В сухую кварцевую пробирку с притертой пробкой вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1, приливают пипеткой 26—28 см³ серной кислоты до объема 30 см³ и 10 см³ раствора 1,1'—диантримида. Закрывают пробирку пробкой и, перемешав раствор, помещают ее в кипящую водяную баню, где нагревают в течение 1 ч.

2.4.3. Оптическую плотность раствора пробы измеряют после охлаждения до комнатной температуры при длине волны 630 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм при массовой доле бора от 0,001 до 0,01% и 20 мм при массовой доле бора выше 0,01%.

Раствором сравнения служит раствор серной кислоты.

2.4.4. Растворы контрольных опытов готовят по пп. 2.4.1, 2.4.2 со всеми используемыми в анализе реактивами. Среднюю оптическую плотность растворов контрольных опытов вычитывают из оптической плотности раствора пробы.

Массовую долю бора вычисляют по градуировочному графику.

2.4.5. Построение градуировочных графиков

2.4.5.1. При массовой доле бора от 0,001 до 0,01% в восемь кварцевых конических колб вместимостью по 250 см³ помещают навески алюминия массой 0,5 г, растворяют по п. 2.4.1 и в шесть колб отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,000001; 0,000002; 0,000003; 0,000004; 0,000005 г бора.

2.4.5.2. При массовой доле бора от 0,01 до 0,1% в восемь кварцевых колб помещают навески алюминия массой 0,25 г, растворяют по п. 2.4.1 и в шесть колб отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025 г бора.

2.4.5.3. При массовой доле бора от 0,1 до 0,5% в семь кварцевых конических колб помещают навески алюминия массой 0,1 г, растворяют по п. 2.4.1 и в пять колб отмеряют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г бора.

Затем растворы переводят в мерные колбы вместимостью по 100 см³, доливают тридистиллятом до метки, перемешивают и продолжают по пп. 2.4.2 и 2.4.3.

Растворы, в которые не введен бор, служат растворами контрольного опыта при построении градуировочных графиков.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам бора строят градуировочные графики.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю бора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m — масса бора в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески в аликовтной части раствора пробы, г.

2.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля бора, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00005	0,00007
Св. 0,0003 > 0,0006 >	0,0001	0,0002
> 0,0003 > 0,0010 >	0,0002	0,0003
> 0,0010 > 0,0030 >	0,0003	0,0004
> 0,0030 > 0,0050 >	0,0005	0,0007
> 0,005 > 0,010 >	0,002	0,003
> 0,010 > 0,030 >	0,003	0,004
> 0,030 > 0,060 >	0,004	0,005
> 0,06 > 0,20 >	0,02	0,03
> 0,20 > 0,50 >	0,05	0,06

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА С ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ ОТДЕЛЕНИЕМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси серной, азотной, соляной кислот, разделении бора и алюминия на катионите, образовании голубого комплекса бора с 1,1'-диантримидом в концентрированной серной кислоте при температуре $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$ и измерении оптической плотности раствора при длине волнны 630 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Аппарат кварцевый для перегонки воды.

Колбы кварцевые конические с кварцевыми воздушными ходильниками.

Колонки кварцевые хроматографические.

Стаканы кварцевые.

Пробирки кварцевые с притертymi пробками.