УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения бора

ГОСТ 11739.2—90

Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of boron

ОКСТУ 1709

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±2) °С 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 притертыми пробками.

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

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

487-95
17

gost.e-ecolog.ru

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 °С с последующим охлаждением.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Спирт этиловый ректификованный 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 высушивают в сушильном шкафу при температуре (105+5)°С 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, см³	Объем серной кислоты для нейтрализации, см³	Объем аликвотной части раствора, см³
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 свыше 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 вычитают 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; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 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

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

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

m_1 — масса навески в аликвотной 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.	0,00006	0,00007
Св. 0,0003 » 0,0006 »	0,0001	0,0002
» 0,0006 » 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±2) °С и измерении оптической плотности раствора при длине волны 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 холодильниками.

Колонки кварцевые хроматографические.

Стаканы кварцевые.

Пробирки кварцевые с притертыми пробками.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³ и раствор 0,5 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и растворы 1:3, 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см³.

Смесь кислот: 2 части серной кислоты, 3 части соляной кислоты, 4 части азотной кислоты, 7,5 частей тридистиллята по объему.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, плотностью 0,91 г/см³

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

1,1′ — диантримид по ТУ 6—09—1508, раствор готовят по п. 2.2.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Катионит КУ-2 по ГОСТ 20298.

Аммоний роданистый по ГОСТ 37067, раствор 10 г/дм³.

Бумага универсальная индикаторная по ТУ 6—09—1181.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Стандартные растворы бора

Растворы А и Б - по п. 2.2.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором серной кислоты 0,5 моль/дм³ до метки и перемешивают; готовят перед применением 1 см³ раствора В содержит 0,000001 г бора.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Перед проведением анализа приблизительно 2 г стружки пробы промывают 2 раза этиловым спиртом порциями по 30 см³ и высушивают при температуре (105+5)°С в сушильном шкафу в течение 15—20 мин.

3.3.2. Катионит КУ-2 для перевода в Н-форму заливают соляной кислотой и оставляют на сутки. Затем загружают в кварцевую хроматографическую колонку высотой 30—40 см, диаметром 2 см (высота слоя 25 см) и промывают раствором соляной кислоты (1:1) до отрицательной реакции на ион трехвалентного железа (проба вытекающего из колонки раствора с роданистым аммонием).

По достижении отрицательной реакции на ион железа (проба раствора с роданистым аммонием не окрашивается в красный цвет) катионит промывают тридистиллятом до нейтральной реакции вытекающего из колонки раствора (pH 7, проба по универсальной индикаторной бумаге).

3.3.3. Для регенерации катионита КУ-2 после разделения бора, алюминия и других элементов через хроматографическую колонку пропускают 300—350 см³ раствора соляной кислоты (1:3) и 150—200 см³ тридистиллята до нейтральной реакции вытекающего

из колонки раствора. Полноту элюирования алюминия и других элементов с катионита соляной кислотой проверяют нейтрализацией порции раствора, вытекающего из колонки, аммиаком — отсутствие помутнения раствора.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Навеску пробы массой 1 г при массовой доле бора от 0,0001 до 0,0005% и 0,5 г при массовой доле бора от 0,0006 до 0,001% помещают в кварцевую колбу вместимостью 250 см³ с притертым воздушным холодильником и растворяют в 10—20 см³ смеси кислот при комнатной температуре или при очень слабом нагревании.

3.4.2. По растворении пробы воздушный холодильник обмывают 10 см³ тридистиллята и разбавляют раствор до 30—40 см³. Отфильтровывают кремниевую кислоту через фильтр средней плотности («белая лента»), вставленный в кварцевую или полиэтиленовую воронку, промывают осадок кремниевой кислоты 10—15 см³ горячего тридистиллята, прибавляя его небольшими порциями. Каждую следующую порцию добавляют после того, как полностью стечет предыдущая. Профильтрованный раствор разбавляют до объема 60 см³ тридистиллятом и пропускают через колонку с катионитом КУ-2 в Н-форме со скоростью 1 см³/мин.

3.4.3. Раствор из колонки собирают в кварцевый стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ серной кислоты и 5 см³ пероксида водорода. Колонку промывают 100—150 см³ тридистиллята со скоростью 10 см³/мин и собирают промывные воды в тот же стакан. Раствор в стакане выпаривают до появления белых паров. Стенки стакана обмывают 5—10 см³ тридистиллята из пипетки и снова выпаривают до белых паров.

3.4.4. Раствор из стакана переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, стакан обмывают небольшим количеством серной кислоты и сливают кислоту в колбу, разбавляют раствор в колбе той же кислотой до метки и переносят его в сухую кварцевую пробирку с притертой пробкой вместимостью 50 см³. Колбу обмывают из пипетки 5 см³ серной кислоты и сливают кислоту в основной раствор. Добавляют пипеткой 10 см³ раствора 1,1′ — диантримида, закрывают пробирку пробкой, раствор перемешивают и нагревают в течение 1 ч в кипящей водяной бане.

3.4.5. Оптическую плотность раствора измеряют после охлаждения до комнатной температуры при длине волны 630 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм. Раствором сравнения служит раствор серной кислоты.

3.4.6. Растворы двух контрольных опытов готовят по пп. 3.4.1, 3.4.2, 3.4.3, 3.4.4 со всеми используемыми в анализе реактивами. Среднюю оптическую плотность растворов двух контрольных опытов вычитают из оптической плотности раствора пробы.

Массовую долю бора рассчитывают по градуировочному графику.

3.4.7. Для построения градуировочного графика в восемь кварцевых стаканов вместимостью по 250 см³ приливают 10—15 см³ смеси кислот и разбавляют до 60 см³ тридистиллятом. Затем в шесть стаканов отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,00001 г бора. К полученным растворам прибавляют 10 см³ серной кислоты и 5 см³ пероксида водорода. Растворы выпаривают до появления белых паров, обмывают стенки стакана 5 см³ тридистиллята и снова выпаривают до появления белых паров. Переносят растворы из стаканов в мерные колбы вместимостью до 25 см³ и поступают далее по п. 3.4.4.

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 градуировочный график.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю бора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

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

m_1 — масса навески пробы, г.

3.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ:

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **В. И. Клитина**, канд. хим. наук; **Л. Н. Виксне.**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1961

3. **Периодичность проверки** — 5 лет

4. **Взамен ГОСТ 11739.2—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	3.2	ГОСТ 11069—74	2.2, 3.2
ГОСТ 3760—79	3.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 20298—74	3.2
ГОСТ 4328—77	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 4461—77	3.2	ГОСТ 27067—86	3.2
ГОСТ 5825—70	2.2	ТУ 6-09-1181—71	3.2
ГОСТ 9656—75	2.2, 3.2	ТУ 6—09—1508—72	2.2, 3.2
ГОСТ 10929—76	2.2, 3.2		

gost.e-ecolog.ru