ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

Методы определения бора

Издание официальное

БЗ 9—2002

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 14 августа 2002 г. № 305-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Фотометрический метод определения бора с 4,4′-диоксидибензоилметаном или 4,4′-диметоксидибензоилметаном при массовых долях от 0,0005 % до 0,03 % 2
5 Фотометрический метод определения бора с Аш-резорцином и тионином при массовых долях от 0,001 % до 0,05 % 4
6 Фотометрический метод определения бора с куркумином при массовых долях от 0,001 % до 0,05 %. 5
7 Обработка результатов. 6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

Методы определения бора

Nickel-based fire-resistant alloys.
Methods for determination of boron

Дата введения 2003—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения бора: с 4,4′-диоксидибензоилметаном или 4,4′-диметоксидибензоилметаном при массовых долях бора от 0,0005 % до 0,03 %; с Аш-резорцином и тионином при массовых долях бора от 0,001 % до 0,05 %; с куркумином при массовых долях бора от 0,001 % до 0,05 % в жаропрочных сплавах и порошках на никелевой основе.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 200—76 Натрий фосфорноватистокислый 1-водный. Технические условия
ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4463—76 Натрий фтористый. Технические условия
ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 18270—72 Кислота уксусная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа
ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

Издание официальное

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

4 Фотометрический метод определения бора с 4,4′-диоксидибензоилметаном или 4,4′-диметоксидибензоилметаном при массовых долях от 0,0005 % до 0,03 %

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения бора с 4,4′-диоксидибензоилметаном или 4,4′-диметоксидибензоилметаном в среде ледяной уксусной и серной кислот в присутствии органической фазы.

Бор предварительно отделяют от основных компонентов сплава экстракцией хлороформным раствором 2-изопропил-5-метил-1,3-гександиола или 2,2,4-триметил-1,3-пентадиола.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями для измерения в видимой области спектра.

pH-метр.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота хлористоводородная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262.

Кислота серная, разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270.

Проверка уксусной кислоты на содержание альдегида: к 20 $см^3$ уксусной кислоты прибавляют 1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия.

При отсутствии альдегида окраска марганцовокислого калия не должна исчезать в течение 15 мин, коричневая окраска двуокиси марганца также не должна появляться.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1 $г/дм^3$.

Хлороформ медицинский.

2-изопропил-5-метил-1,3-гександиол (ИПМГД), раствор, разбавленный (1:19) в хлороформе.

2,2,4-триметил-1,3-пентадиол (ТМПД), раствор 40 $г/дм^3$ в хлороформе.

Спирт этиловый по ГОСТ Р 51652.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

4,4′-диоксидибензоилметан, раствор 3,75 $г/дм^3$ в уксусной кислоте: 0,375 г 4,4′-диоксидибензоилметана растворяют в 100 $см^3$ уксусной кислоты при слабом нагревании, охлаждают. При хранении в темном месте раствор годен к употреблению в течение месяца.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Стандартные растворы бора.

Раствор А: 5,7154 г борной кислоты растворяют в 300 $см^3$ воды в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора А содержит 0,001 г бора.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора Б содержит 0,0001 г бора.

Раствор В: 10 $см^3$ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Готовят непосредственно перед применением.

1 $см^3$ стандартного раствора В содержит 0,00001 г бора.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Процедура растворения образца

Массу навески сплава 0,25—1 г в соответствии с таблицей 1 помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 $см^3$, приливают 30 $см^3$ смеси хлористоводородной и азотной кислот в соотношении 3:1 или 8:1, 2 $см^3$ ортофосфорной кислоты, стакан накрывают крышкой из фторопласта и растворяют навеску при умеренном нагревании.

Таблица 1

Массовая доля бора, %	Масса навески, г	Разбавление, $см^3$	Аликвотная часть при экстракции, $см^3$
От 0,0005 до 0,001 включ.	1	50	25
Св. 0,001 » 0,005 »	1	50	10
» 0,005 » 0,01 »	0,5	50	10
» 0,01 » 0,02 »	0,5	100	10
» 0,02 » 0,03 »	0,25	100	10

После растворения навески приливают 10 $см^3$ серной кислоты (1:1).

Раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты, ополаскивают крышку из фторопласта и стенки стакана водой и снова выпаривают до паров серной кислоты.

Соли растворяют в 5 $см^3$ хлористоводородной кислоты при нагревании, приливают 30—40 $см^3$ воды и нагревают до полного растворения солей. Отфильтровывают нерастворимый остаток через плотный фильтр в кварцевый стакан вместимостью 200 $см^3$, стакан оттирают небольшим кусочком фильтра палочкой с резиновым наконечником. Стакан и фильтр промывают несколько раз горячей водой. Фильтр помещают в платиновый тигель, озоляют, сжигают и прокаливают при 600—700 °С. Остаток в тигле сплавляют с 1 г углекислого натрия при 950—1000 °С в течение 15—20 мин. Плав растворяют в горячей воде с добавлением 1—2 $см^3$ хлористоводородной кислоты при слабом нагревании, присоединяют к фильтрату и выпаривают раствор до 10—15 $см^3$. Прибавляют несколько капель азотной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты.

4.3.2 Процедура отделения бора от основных компонентов сплава

Соли растворяют в 30 $см^3$ воды с добавлением 5 $см^3$ хлористоводородной кислоты при нагревании, охлаждают.

Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50—100 $см^3$ (таблица 1), доливают до метки водой и перемешивают. Раствор отфильтровывают через сухой плотный фильтр в сухую кварцевую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть раствора (таблица 1) помещают в делительную воронку вместимостью 50—100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ раствора ИПМГД или ТМПД. Делительную воронку встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев органический слой, фильтруя через сухую вату, сливают в сухую мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Экстракцию повторяют. Органический слой сливают в ту же мерную колбу. Экстракт в колбе доливают до метки раствором ИПМГД или ТМПД и перемешивают.

4.3.3 Спектрофотометрическая процедура анализа

Аликвотную часть экстракта 1 $см^3$ помещают в сухую мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, прибавляют 1 $см^3$ раствора 4,4′-диоксибензоилметана или 4,4′-диметоксидибензоилметана, перемешивают, добавляют 0,5 $см^3$ серной кислоты, перемешивают и оставляют на 2—2,5 ч. Затем разбавляют до 25 $см^3$ этиловым спиртом, перемешивают. Измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 440 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 420 до 460 нм. Толщину поглощающего свет слоя кюветы выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

В качестве раствора сравнения используют воду или этиловый спирт.

Массу бора находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

4.3.4 Построение градуировочного графика

В кварцевые стаканы вместимостью 100 $см^3$ помещают отмеренные объемы стандартного раствора Б бора, приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля бора, %	Объем стандартного раствора Б бора, $см^3$
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,00; 0,50; 0,60; 0,80; 1,00; 1,20
Св. 0,001 » 0,005 »	0,00; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00
» 0,005 » 0,03 »	0,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00

Во все стаканы приливают кислоты, как при растворении пробы, и далее поступают в соответствии с 4.3.1—4.3.3.

Из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам бора строят градуировочный график.

5 Фотометрический метод определения бора с Аш-резорцином и тионином при массовых долях от 0,001 % до 0,05 %

5.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения бора с Аш-резорцином и тионином при pH 5,0—5,2.

Бор предварительно отделяют от основных компонентов сплава экстракцией хлороформным раствором 2-изопропил-5-метил-1,3-гександиола или 2,2,4-триметил-1,3-пентадиола с последующей реэкстракцией раствором гидроокиси натрия.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Кислота хлористоводородная, разбавленная 1:1.

Кислота хлористоводородная, раствор молярной концентрации 0,5 моль/дм^3.

Кислота уксусная, раствор молярной концентрации 0,5 моль/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 или ГОСТ 24147.

Аммиак водный, раствор молярной концентрации 0,5 моль/дм^3.

Буферный раствор. Смешивают равные объемы раствора уксусной кислоты и раствор аммиака и устанавливают pH 5,0—5,2 на pH-метре добавлением реактивов уксусной кислоты или аммиака.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Натрия гидроксид, раствор молярной концентрации 1,0 моль/дм^3.

Натрия гидроксид, раствор 20 г/дм^3.

Аш-резорцин, динатриевая соль, раствор молярной концентрации 0,001 моль/дм^3.

0,0494 г Аш-резорцина растворяют в 100 см^3 воды.

Тионин 2-водный, краситель для микроскопии, спиртовой раствор молярной концентрации 0,001 моль/дм^3.

0,029 г тионина растворяют в 100 см^3 этилового спирта.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3.

1,86 г трилона Б растворяют в 100 см^3 воды.

Остальные реактивы, аппаратура и растворы — по 4.2.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Приготовление испытуемого раствора

Массу навески сплава 0,2—0,5 г в соответствии с таблицей 3 помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 см^3, приливают 30 см^3 смеси хлористоводородной и азотной кислот в соотношении 3:1 или 8:1, 2 см^3 ортофосфорной кислоты, стакан накрывают крышкой из фторопласта и растворяют навеску при умеренном нагревании. После растворения навески приливают 8 см^3 серной кислоты (1:1).

Таблица 3

Массовая доля бора, %	Масса навески, г	Разбавление, см^3
От 0,001 до 0,01 включ.	0,5	50
Св. 0,01 » 0,03 »	0,25	100
» 0,03 » 0,05 »	0,2	100

Далее поступают, как указано в 4.3.1.

5.3.2 Процедура отделения бора от основных компонентов сплава

Соли растворяют в 30 см^3 воды с добавлением 5 см^3 хлористоводородной кислоты при нагревании, охлаждают.

Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50—100 см^3 (таблица 3), доливают до метки водой и перемешивают. Раствор отфильтровывают через сухой плотный фильтр в сухую кварцевую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть раствора 20 см^3 помещают в делительную воронку вместимостью 50 см^3, приливают 5—10 см^3 раствора ИПМГД или ТМПД. Делительную воронку встряхивают в течение 1—2 мин и после разделения слоев органический слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 50 см^3. Экстракт промывают в течение 30 с 10 см^3 воды, подкисленной хлористоводородной или серной кислотой (1 капля кислоты на 10 см^3 воды). Промытый органический слой сливают в третью делительную воронку вместимостью 50 см^3, приливают 10 см^3 раствора гидроксида натрия и проводят реэкстракцию бора встряхиванием в течение 1—2 мин. Органический слой отбрасывают.

Водный щелочный слой сливают в стакан вместимостью 50 см^3.

5.3.3 Спектрофотометрическая процедура анализа

К испытуемому раствору приливают воды до 20 см^3, 0,5 см^3 раствора трилона Б, перемешивают и устанавливают pH 5,0—5,2 растворами хлористоводородной кислоты или гидроксидом натрия на pH-метре. Затем добавляют точно 5 см^3 Аш-резорцина и 1 см^3 тионина, содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, ополаскивают стенки стакана буферным раствором, доливают до метки этим же буферным раствором и перемешивают.

Через 18 ч измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 510 нм или на фотоэлектроколориметре в интервале длин волн 490—530 нм. Толщину поглощающего свет слоя выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта. Массу бора находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

5.3.4 Построение градуировочного графика

В кварцевые стаканы вместимостью 100 см^3 помещают отмеренные объемы стандартного раствора В бора, приведенные в таблице 4.

Таблица 4

Массовая доля бора, %	Объем стандартного раствора В бора, см^3
От 0,001 до 0,01 включ.	0,00; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00
Св. 0,01 » 0,05 »	0,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00; 12,00

Во все стаканы приливают кислоты, как при растворении пробы, и далее поступают в соответствии с 5.3.1—5.3.3.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам бора строят градуировочный график.

6 Фотометрический метод определения бора с куркумином при массовых долях от 0,001 % до 0,05 %

6.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения бора с куркумином в среде ледяной уксусной и серной кислот в присутствии уксуснокислого буферного раствора.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200.

Смесь уксусной и серной кислот (1:1): к 100 см^3 уксусной кислоты осторожно, при охлаждении водой добавляют 100 см^3 концентрированной серной кислоты. Готовят непосредственно перед применением.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Буферный раствор: 225 г уксуснокислого аммония растворяют в 400 см^3 воды при нагревании, охлаждают, добавляют 300 см^3 уксусной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой, перемешивают.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор 40 г/дм^3. Хранят в сосуде из полиэтилена.

Куркумин, раствор 1,25 г/дм^3 в уксусной кислоте: 0,125 г куркумина растворяют в 60 см^3 уксусной кислоты при слабом нагревании, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки уксусной кислотой, перемешивают. Готовят непосредственно перед применением.

Остальные реактивы, аппаратура и растворы — по 4.2.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Приготовление испытуемого раствора

Массу навески сплава 0,1—0,5 г в соответствии с таблицей 5 помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 см^3, приливают 30 см^3 смеси хлористоводородной и азотной кислот в соотношении 3:1 или 8:1, 5 см^3 ортофосфорной кислоты, стакан накрывают крышкой из фторопласта и растворяют навеску при умеренном нагревании.

Таблица 5

Массовая доля бора, %	Масса навески, г
От 0,001 до 0,01 включ.	0,5
Св. 0,01 » 0,025 »	0,2
» 0,025 » 0,05 »	0,1

После растворения навески приливают 10 см^3 серной кислоты (1:1).

Далее поступают, как указано в 4.3.1.

6.3.2 Спектрофотометрическая процедура анализа

Соли растворяют в 30 см^3 воды с добавлением 5 см^3 хлористоводородной кислоты при нагревании, добавляют 3 г фосфорноватистокислого натрия, нагревают до кипения и осторожно кипятят под крышкой в течение 15 мин, охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор отфильтровывают через сухой плотный фильтр в сухую кварцевую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

6.3.2.1 Приготовление испытуемого раствора

Аликвотную часть раствора 1 см^3 помещают в сухой полиэтиленовый сосуд вместимостью 100 см^3, добавляют 6 см^3 смеси уксусной и серной кислот (1:1), 6 см^3 раствора куркумина, перемешивая после добавления каждого реактива, и оставляют на 2,5 ч. Затем приливают 1 см^3 ортофосфорной кислоты, перемешивают и оставляют на 30 мин.

Приливают 30 см^3 буферного раствора, тщательно перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 543 нм и на фотоэлектроколориметре в интервале длин волн от 520 до 560 нм. Толщину поглощающего свет слоя выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть раствора, в которой бор предварительно переведен во фторидный комплекс.

6.3.2.2 Приготовление раствора сравнения

Аликвотную часть раствора 1 см^3 помещают в сухой полиэтиленовый сосуд вместимостью 100 см^3, добавляют 0,2 см^3 раствора фтористого натрия, тщательно перемешивают и оставляют на 1 ч.

Добавляют 6 см^3 смеси уксусной и серной кислот (1:1), 6 см^3 раствора куркумина. Далее поступают, как указано в 6.3.2.1.

Массу бора находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

6.3.3 Построение градуировочного графика

В кварцевые стаканы помещают отмеренные количества стандартного раствора В бора 0,00; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см^3.

Во все стаканы приливают кислоты, как при растворении пробы и далее поступают, как указано в 6.3.1 и 6.3.2.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам бора строят градуировочный график.

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю бора X, %, вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески сплава, г.

7.2 Нормы погрешности и нормативы контроля погрешности результатов измерения массовой доли бора приведены в таблице 6.

Таблица 6

В процентах

Массовая доля бора	Погрешность результатов анализа	Допускаемые расхождения между двумя результатами анализа, полученными в различных условиях	Допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами двух параллельных определений	Допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами трех параллельных определений	Допускаемое отличие результата воспроизведения аттестованной характеристики стандартного образца от ее значения
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0004	0,0005	0,0004	0,0005	0,0003
Св. 0,001 » 0,002 »	0,0007	0,0009	0,0007	0,0009	0,0005
» 0,002 » 0,005 »	0,0016	0,0020	0,0016	0,0020	0,0010
» 0,005 » 0,01 »	0,0022	0,0028	0,0023	0,0028	0,0014
» 0,01 » 0,02 »	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
» 0,02 » 0,05 »	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003

УДК 669.1:543.06:006.354 ОКС 77.080 В39 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: сплавы и порошки жаропрочные на никелевой основе, методы контроля, бор

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 25.11.2002. Подписано в печать 24.12.2002. Усл. печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,90.
Тираж экз. С 8870. Зак. 1159.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru