УДК 669.292.3 : 546.27.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Метод определения бора

Vanadium base alloys and alloying elements.
Method for determination of boron

ГОСТ 26473.1—85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 751 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения бора (от 0,2 до 5%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более
Алюминий	40
Железо	1,5
Кремний	1
Марганец	3,5

Метод основан на отгонке бора в виде борной кислоты пирогидролизом, образовании голубого комплексного соединения бора с диантримидом в среде концентрированной серной кислоты с последующим фотометрированием окраски раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Электропечь сопротивления трубчатая типа СУОЛ-0,25—1/12-М1, обеспечивающая температуру нагрева 1300°С.

Трубка кварцевая длиной 450—500 мм, внутренним диаметром 20—25 мм.

Автотрансформатор типа РНО-250—5.

Милливольтметр типа М-64.

Термопара платино-платинородиевая типа ТПП-11.

Лодочки фарфоровые № 2, предварительно прокаленные при 1000—1100°С в течение 10—15 мин, должны храниться в эксикаторе.

Крючок из кварцевого дрота диаметром (5±1) мм и длиной (500±10) мм.

Эксикатор с хлористым кальцием.

Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77.

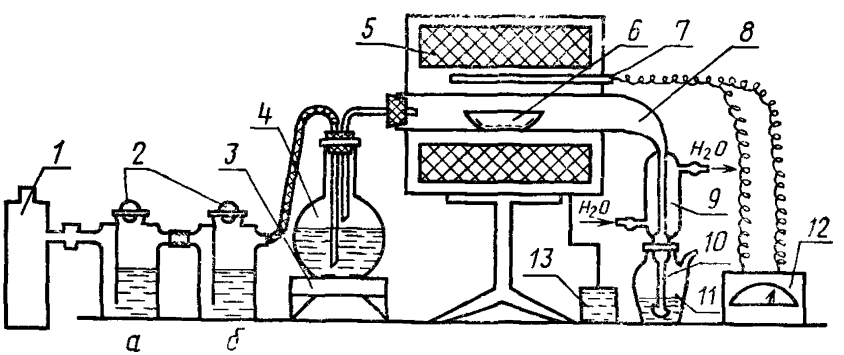
Колба круглая плоскодонная вместимостью 1 дм^3 (парообразователь).

Колба кварцевая коническая вместимостью 200 см^3 (приемник).

Склянки очистительные (Тищенко).

Азот по ГОСТ 9293—74.

Установка для пирогидролиза (см. чертеж) состоит из трубчатой электропечи сопротивления. В печь вставляется кварцевая



1 — баллон с газом; *2* — склянки для промывания газов (*а* — с концентрированной серной кислотой; *б* — с дистиллированной водой); *3* — электроплитка; *4* — парообразователь, *5* — трубчатая электропечь сопротивления; *6* — лодочка фарфоровая, *7* — платина-платинородиевая термопара; *8* — кварцевая трубка; *9* — холодильник; *10* — отводная трубка, *11* — колба-приемник; *12* — милливольтметр; *13* — трансформатор напряжения для регулирования температуры печи

трубка с оттянутой под прямым углом отводной трубкой длиной (250±20) мм и диаметром 10—12 мм. К верхней части отводной трубки припаяна муфта для холодильника длиной (450±10) мм и диаметром 20—25 мм. Конец отводной трубки снабжен барботером с отверстиями 1—1,5 мм. Приемником служит коническая кварцевая колба вместимостью 200 см³. Пар, используемый в процессе пирогидролиза, образуется в парообразователе, соединяющемся с кварцевой трубкой переходом на шлифе (или посредством резиновой пробки) и подается в печь с помощью азота (воздуха), предварительно пропущенного через очистительные склянки. Нагревание парообразователя проводится на электрической плитке.

Пробирки кварцевые вместимостью 20—25 см³ с массивной пробкой и с конусным шлифом типа ПКМ-25 КШ 10/19.

Секундомер.

Сито с размером отверстий 0,074 мкм для проверки правильности подготовки поступившей в лабораторию пробы.

Колбы мерные вместимостью 50, 200, 250 см³ и 1 дм³.

Пипетки вместимостью 2 и 5 см³ с делениями.

Пипетки вместимостью 10, 15 и 20 см³ без делений.

Микробюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и раствор концентрацией 2 моль/дм³.

Диантримид (1,1-диантрахинониламин), раствор концентрацией 5 г/дм³ в концентрированной серной кислоте: 1 г диантримида помещают в сухую мерную колбу вместимостью 200 см³ с притертой пробкой, приливают до метки концентрированной серной кислоты, колбу закрывают пробкой, перемешивают до полного растворения навески реактива.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Стандартный раствор бора (запасной), содержащий 0,1 мг/см³ (100 мкг/см³) бора: 0,5715 г борной кислоты растворяют в серной кислоте концентрацией 2 моль/дм³. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки таким же раствором серной кислоты.

Раствор бора (рабочий), содержащий 0,01 мг/см³ (10 мкг/см³) бора, готовят разбавлением стандартного запасного раствора в 10 раз раствором серной кислоты концентрацией 2 моль/дм³ в день употребления.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготавливают установку для пирогидролиза, проверяя визуально исправность электропечи, электроплитки, изоляции токоведущих проводов, наличие заземления. Включают электроплитку

для нагревания воды в парообразователе до кипения, включают электропечь, регулируют подачу азота (воздуха), установив скорость 1—2 пузырька в секунду. Барботер погружают в приемник, содержащий 100 см³ воды. Печь нагревают до 400°С.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г в виде тонкорастертого порошка (размер частиц не более 74 мкм) переносят тонким слоем в фарфоровую лодочку, которую помещают в кварцевую трубку установки пирогидролиза в середину печи, и тотчас же присоединяют парообразователь к прибору для пирогидролиза. Температуру печи повышают до 1300°С и проводят пирогидролиз в течение 30—40 мин, после чего печь отключают и отсоединяют пробку парообразователя от прибора.

Барботер споласкивают водой. Полученный в приемнике раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой.

Для определения бора аликвотную часть раствора от 2 до 20 см³ (в зависимости от массовой доли бора), содержащую 15—100 мкг бора, отбирают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют воды до 20 см³, приливают осторожно по каплям 20 см³ концентрированной серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки водой. Из полученного раствора отбирают 2 см³ в сухой кварцевый цилиндр, приливают 13 см³ концентрированной серной кислоты и 5 см³ раствора диантримида. Содержимое цилиндра выдерживают в течение 1 ч в кипящей водяной бане. Цилиндр с раствором охлаждают до комнатной температуры и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~630 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к концентрированной серной кислоте.

Одновременно с анализом серии проб (перед анализом проб) через все стадии анализа проводят контрольный опыт (для контроля загрязнения установки и реактивов). Значение оптической плотности раствора контрольного опыта не должно превышать 0,03, в противном случае следует промыть установку и поменять реактивы. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности анализируемого раствора.

Массу бора находят по градуировочному графику по вычисленному значению оптической плотности.

4.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят из микробюретки 1,5; 3,0; 5,0; 8,0 и 10,0 см³ рабочего стандартного раствора

бора, что соответствует 15, 30, 50, 80 и 100 мкг бора, добавляют воды до 20 см³, приливают осторожно по каплям 20 см³ концентрированной серной кислоты и далее поступают, как указано в п. 4.1.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10^4},$$

где m_1 — масса бора, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

5.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля бора, %	Допускаемое расхождение, %
0,2	0,15
1	0,2
3	0,3
5	0,4

Изменение № 1 ГОСТ 26473.1—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод определения бора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 676

Дата введения 01.01.92

Раздел 2. Заменить слова: «(плавленый)» на «прокаленный при 250—300 °С».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 2.

(Продолжение см. с. 34)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.1—85)

Таблица 2

Массовая доля бора, %	Допускаемое расхождение, %
$2 \cdot 10^{-1}$	$1{,}5 \cdot 10^{-1}$
1,0	0,2
3,0	0,3
6,0	0,4

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 8 1991 г.)