МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'781—198:546.706:006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

Методы определения бора

ГОСТ 14021.1—78

Ferroboron.
Methods for the determination of boron

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и потенциометрический методы определения бора (при массовой доле бора от 3,0 до 35 %) в ферроборе, предназначенном для легирования сталей и сплавов.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.
(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на свойстве малодиссоциированной борной кислоты образовывать с многоатомными спиртами (маннитом, глицерином) комплексные соединения, которые значительно сильнее диссоциируют и титруются щелочью в присутствии индикатора — фенолфталеина, с резким переходом окраски раствора в розовый цвет, не изменяющийся при добавлении многоатомного спирта. Мешающее действие железа, марганца, меди и никеля устраняют сплавлением пробы ферробора со щелочью или пероксидом натрия. Для переведения марганца с высшей валентности (7 и 6) в низшую (4) добавляют этиловый спирт. Алюминий отделяют углекислым кальцием.

2.2. Реактивы и растворы

Натрия пероксид.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Бария гидроокись по ГОСТ 4107, раствор с массовой долей 5 %.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Маннит (манитол) по ТУ 6—09—5484—90.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), раствор с массовой долей 0,1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, прокипяченная в течение 1 ч и охлажденная.

Глицерин по ГОСТ 6259.

Бумага конго.

Калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332.

Натрий углекислый безводный.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Сахароза по ГОСТ 5833.

Сахар инвертный, раствор: 1 кг сахарозы растворяют в 650 см^3 дистиллированной воды, приливают 10 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 10, и нагревают в течение 2—3 ч при температуре от 80 до 90 °С. Раствор охлаждают до температуры 30—40 °С, приливают раствор с массовой долей 10 % гидроокиси натрия до получения pH 6,9.

Объем раствора гидроокиси натрия, необходимый для нейтрализации соляной кислоты, устанавливают предварительным титрованием 10 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 10, раствором с массовой долей 10 % гидрата окиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

Кислота борная по ГОСТ 9656, стандартный раствор: 5,7154 г борной кислоты, х. ч., помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 200—300 см^3 дистиллированной воды. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 полученного раствора содержит 0,001 г бора.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 1 %, раствор с массовой долей 10 %, раствор 0,1 моль/дм^3; раствор 0,1 моль/дм^3 готовят следующим образом: 4 г гидроокиси натрия растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды, добавляют 3 см^3 раствора с массовой долей 5 % гидроокиси бария, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой, перемешивают, дают отстояться осадку в течение 1 сут и отфильтровывают.

Массовую концентрацию раствора гидроокиси натрия устанавливают по борной кислоте. Установку массовой концентрации проводят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 10—20 см^3 стандартного раствора борной кислоты, приливают 100 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 10 капель фенолфталеина, 1 г маннита или 20 см^3 глицерина, или 50 см^3 раствора инвертного сахара и титруют раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия до появления устойчивой красно-малиновой окраски. Затем добавляют еще 0,5 г маннита или 10 см^3 глицерина. Если окраска раствора ослабевает, раствор дотитровывают.

Титрование заканчивают, когда после дополнительного прибавления маннита или глицерина красно-малиновая окраска раствора не изменяется. Проверку массовой концентрации раствора гидроокиси натрия проводят в день титрования пробы.

Массовую концентрацию раствора гидроокиси натрия (C), выраженную в г/см^3 бора, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1 V}{(V_1 - V_2)},$$

где C_1 — массовая концентрация стандартного раствора борной кислоты, выраженная в г/см^3 бора;

V — объем стандартного раствора борной кислоты, взятый для титрования, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

Навеску ферробора массой 0,5 г помещают в железный или никелевый тигель, смешивают с 5—6 г пероксида натрия, сверху засыпают 1—2 г пероксида натрия, помещают в более холодную часть муфельной печи, затем продвигают тигель в горячую часть муфельной печи и сплавляют навеску при 800—850 °С, периодически перемешивая круговыми движениями тигля. Когда плав станет жидким, тигель выдерживают в печи 3—4 мин.

При анализе ферробора марок ФБ-2 и ФБ-3 во избежание вспышек при сплавлении навеску предварительно спекают с 3 г углекислого калия-натрия и затем сплавляют с 5—6 г пероксида натрия. После этого тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400—500 см^3, накрывают стакан часовым стеклом и выщелачивают плав в 100—150 см^3 воды. Тигель обмывают горячей водой, прибавляют пять капель этилового спирта и кипятят содержимое стакана 5—10 мин.

Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Стенки обмывают горячей водой. Содержимое колбы охлаждают, разбавляют водой до метки, перемешивают, дают немного отстояться осадку гидроокиси металлов, после чего раствор фильтруют в сухую колбу через двойной сухой складчатый фильтр «белая лента».

Аликвотную часть раствора 100 см^3 помещают в стакан вместимостью 400—500 см^3 и нейтрализуют соляной кислотой по бумаге конго до слабокислой реакции.

К слабокислому раствору осторожно небольшими порциями прибавляют углекислый кальций до перехода окраски бумаги конго в розовый цвет и образования на дне стакана небольшого белого осадка — избытка углекислого кальция. Раствор с осадком нагревают до 70—80 °С в течение 5 мин (для коагуляции алюминия), переводят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют в сухую колбу через сухой складчатый фильтр «белая лента».

Аликвотную часть раствора 100 см^3 помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют одну каплю метилового оранжевого и нейтрализуют разбавленной 1 : 1 соляной кислотой до кислой реакции.

В колбу опускают магнитный элемент, ставят на мешалку и интенсивно перемешивают в течение 5—7 мин. К слабокислому раствору добавляют одну каплю метилового оранжевого и строго нейтрализуют сначала раствором с массовой долей 1 % гидроокиси натрия, а затем заканчивают нейтрализацию, добавляя из бюретки раствор 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия.

К раствору прибавляют десять капель фенолфталеина, 1 г маннита или 20 см^3 глицерина, или 50 см^3 инвертного сахара, оставляют на 1—2 мин, после чего титруют раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия до устойчивой красно-малиновой окраски. Затем добавляют еще 0,5 г маннита или 10 см^3 глицерина. Если окраска раствора ослабевает, раствор дотитровывают.

Титрование заканчивают, когда после дополнительного прибавления маннита или глицерина красно-малиновая окраска раствора не ослабевает.

Как при установлении массовой концентрации раствора гидроокиси натрия, так и при определении бора в образцах ведут контрольный опыт для введения поправки на содержание бора в реактивах. Массовую концентрацию раствора гидроокиси натрия проверяют в день титрования пробы.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C(V - V_1)\,100}{m},$$

где C — массовая концентрация раствора гидрата окиси натрия, выраженная в г/см^3 бора;

V — объем раствора гидрата окиси натрия, израсходованный на титрование раствора, см^3;

V_1 — объем раствора гидрата окиси натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА

3.1. Сущность метода

Метод основан на отделении бора от железа, марганца и меди сплавлением с пероксидом натрия или щелочью с последующим определением бора в растворе потенциометрическим методом. Перед титрованием pH раствора устанавливают 6,9, добавляют инвертный сахар или маннит и титруют образовавшуюся борноорганическую комплексную кислоту раствором гидроокиси натрия до первоначального значения pH 6,9.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр ламповый со стеклянным и каломельным электродами.

Мешалка со скоростью 200—300 об/мин.

Элемент магнитный.

Электроплитка.

pH-метр-милливольтметр.

Натрия пероксид

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1, 1 : 10.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор с массовой долей 2 %.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Сахароза по ГОСТ 5833.

Бария гидроокись по ГОСТ 4107, раствор с массовой долей 5 %.

Маннит (маннитол) по ТУ 6—09—5484—90.

Глицерин по ГОСТ 6259.

Сахар инвертный раствор; готовят следующим образом: 1 кг сахарозы растворяют в 650 см^3 дистиллированной воды, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 10, и нагревают в течение 2—3 ч при 80—90 °С. После охлаждения раствора приливают раствор с массовой долей 10 % гидроокиси натрия. Объем раствора щелочи, необходимый для нейтрализации соляной кислоты, устанавливают предварительным титрованием 10 см^3 разбавленной 1 : 10 соляной кислоты раствором с массовой долей 10 % гидроокиси натрия в присутствии индикатора — фенолфталеина.

Кислота борная по ГОСТ 9656, стандартный раствор; готовят следующим образом: 11,432 г х. ч. борной кислоты помещают в стакан вместимостью 400—500 см^3 и растворяют в 200—300 см^3 дистиллированной воды. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют этой же водой до метки и перемешивают.

1 см^3 приготовленного раствора содержит 0,004 г бора.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 2 %, раствор 0,1 моль/дм^3 и раствор с массовой долей 10 %; раствор 0,1 моль/дм^3 готовят следующим образом: 4 г х. ч. гидроокиси натрия растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды, добавляют 3 см^3 раствора с массовой долей 5 % гидроокиси бария, перемешивают и дают отстояться осадку в течение 1 сут.

Массовую концентрацию раствора гидроокиси натрия устанавливают по борной кислоте следующим образом: в стакан вместимостью 400 см^3 помещают 10 см^3 стандартного раствора борной кислоты и приливают 250 см^3 дистиллированной воды. В стакан с анализируемым раствором опускают магнитный элемент и электроды, присоединенные к потенциометру, приводят во вращение мешалку, приливают из бюретки раствор 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия до установления pH раствора 6,9.

К полученному раствору приливают 50 см^3 раствора инвертного сахара или по 1 г маннита, или по 20 см^3 глицерина (при этом стрелка гальванометра отклоняется от нулевого значения шкалы pH) и титруют борную кислоту раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия до возвращения стрелки гальванометра до значения pH 6,9.

Массовую концентрацию раствора гидроокиси натрия (C), выраженную в г/см^3 бора, вычисляют по формуле п. 2.2.

При установке массовой концентрации раствора гидроокиси натрия ведут контрольный опыт для введения поправки на отклонение pH инвертного сахара от значения pH 6,9.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Проведение анализа

Навеску ферробора массой 0,5 г помещают в железный или никелевый тигель и смешивают с 5—6 г пероксида натрия. Тигель помещают в более холодную часть муфельней печи, затем продвигают тигель в горячую часть и сплавляют при 800—850 °С, периодически перемешивая круговыми движениями тигля. Когда плав станет жидким, тигель выдерживают в печи 3—4 мин.

При анализе ферробора марок ФБ-2 и ФБ-3 во избежание вспышек навеску помещают в никелевый или железный тигель, в котором находится 10—12 г гидроокиси натрия (предварительно расплавленного и охлажденного) и сверху покрывают 0,5 г пероксида натрия. Содержимое тигля нагревают на электроплите до расплавления щелочи, затем тигель помещают сначала в более холодную часть муфельной печи и нагревают приблизительно до 400 °С, а затем сплавляют в горячей части муфельной печи при 650—700 °С в течение 15 мин, периодически перемешивая круговыми движениями тигля.

После этого тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400—500 см^3, накрывают стакан часовым стеклом и выщелачивают плав в 100—150 см^3 дистиллированной воды. После выщелачивания плава тигель обмывают горячей дистиллированной водой, прибавляют в стакан пять капель этилового спирта и кипятят содержимое стакана 5 мин. Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Стакан обмывают горячей дистиллированной водой. Содержимое колбы охлаждают, разбавляют дистиллированной водой до метки, перемешивают, дают немного отстояться осадку гидратов и фильтруют часть раствора через двойной сухой складчатый фильтр «белая лента».

Аликвотную часть 100 см^3 помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и, если ферробор

содержит до 10 % алюминия, приливают в стакан 12—15 см^3 раствора с массовой долей 2 % лимонной кислоты.

При массовой доле алюминия от 10 до 20 % приливают 20—30 см^3 раствора с массовой долей 2 % лимонной кислоты. Щелочной раствор в стакане осторожно подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, до перехода окраски индикатора метилового оранжевого в розовый цвет.

В стакан с анализируемым раствором опускают магнитный элемент и электроды, присоединенные к потенциометру. Мешалку приводят во вращение и перемешивают раствор в течение 5—7 мин. К раствору приливают сначала раствор с массовой долей 2 % гидроокиси натрия до pH, почти равного 6,9, затем точно устанавливают значение pH 6,9, приливая из бюретки раствор 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия.

К раствору, имеющему pH 6,9, прибавляют 1 г маннита или по 20 см^3 глицерина, или приливают 50 см^3 раствора инвертного сахара (при этом стрелка гальванометра отклоняется от первоначального значения шкалы pH) и титруют борную кислоту раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия до исходного значения pH 6,9.

Параллельно ведут контрольный опыт для введения поправки на содержание бора в реактивах и отклонение pH инвертного сахара от значения 6,9.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю бора в ферроборе (X) в процентах вычисляют по формуле п. 2.4.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли бора приведены в таблице.

%

Массовая доля бора	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 3,0 до 5 включ.	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06
Св. 5 » 10 »	0,12	0,14	0,12	0,14	0,08
» 10 » 20 »	0,17	0,22	0,18	0,22	0,11
» 20 » 35 »	0,22	0,28	0,23	0,28	0,14

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   И.К. Майборода, В.В. Мирошниченко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.08.78 № 2330**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2204—80**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14021.1—68**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2
ГОСТ 3652—69	3.2
ГОСТ 4107—78	2.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4332—76	2.2
ГОСТ 4530—76	2.2
ГОСТ 5833—75	2.2, 3.2
ГОСТ 6259—75	2.2, 3.2
ГОСТ 6709—72	2.2
ГОСТ 9656—75	2.2, 3.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1
ТУ 6—09—5360—87	2.2, 3.2
ТУ 6—09—5484—90	2.2, 3.2

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7 **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1981 г., мае 1989 г. (ИУС 11—81, 8—89)**

Редактор *В.П. Огурцов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.04.99. Подписано в печать 19.04.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 137 экз. С 2641. Зак. 894.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru