

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА

ГОСТ 12360—82

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15—194 : 546.27.06 : 006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения бора

Steels alloyed and highalloyed.
Methods for the determination of boron

ГОСТ 12360—82

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.83
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический, экстракционно-фотометрический методы определения общей массовой доли бора (при массовой доле бора от 0,0005 до 0,1%) и метод потенциометрического титрования для определения общей массовой доли бора (при массовой доле бора от 0,05 до 2,0%) в легированных и высоколегированных сталях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на отделении бора в виде борнометилового эфира дистилляцией с метиловым спиртом с последующим образованием окрашенного в синий цвет соединения борной кислоты с хинализарином в сернокислом растворе. Светопоглощение раствора измеряют при $\lambda = 620$ нм.

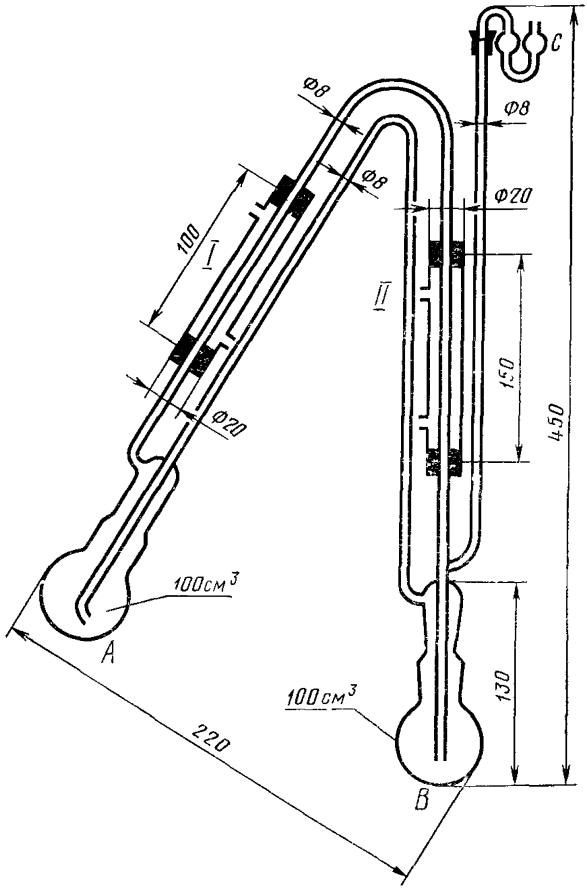
2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Дистилляционный аппарат (см. чертеж), изготовленный из кварца или стекла, не содержащего бор. Допускается применение аппаратов другой конструкции.

Спектрофотометр.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988



Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3. Перед применением кислоту очищают 2—3 раза дистилляцией, прибавляя по 10 см³ метанола на каждые 250 см³ кислоты. Дистилляцию ведут до начала выделения паров серной кислоты.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80. Перед применением кислоту очищают 2—3 раза дистилляцией, прибавляя по 10 см³ метанола на каждые 250 см³ кислоты. Дистилляцию ведут до начала выделения паров ортофосфорной кислоты.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Олово двухлористое, раствор 1 г двухлористого олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332—76.

Метанол по ГОСТ 6995—77.

Эталон абсолютный.

Хинализарин, раствор: к 0,12 г хинализарина добавляют 114 см³ воды и серную кислоту до 2 дм³, раствор перемешивают.

Кислота борная по ГОСТ 18704—78 или ГОСТ 9656—75.

Стандартные растворы бора.

Раствор А: 0,5720 г борной кислоты растворяют в небольшом количество воды в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г бора.

Раствор Б: 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,000005 г бора.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Бусины из стекла или кварца, не содержащие бора.

Вода бидистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску стали массой, указанной в табл. 1, помещают в колбу *А* дистилляционного аппарата, прибавляют 15—20 см³ раствора серной кислоты (1:3) или 10—15 см³ ортофосфорной кислоты. Колбу соединяют с притертой частью прибора, включают холодильник *1* и постепенно содержимое нагревают до полного растворения навески.

После растворения колбу снимают и раствор окисляют, прибавляя по каплям 3—4 см³ раствора перекиси водорода.

Колбу *А* вновь соединяют с прибором для дистилляции и кипятят раствор в течение 10—15 мин, затем охлаждают.

При массовой доле бора от 0,0005 до 0,04% для дальнейшего анализа используют весь раствор; при массовой доле свыше 0,04 до 0,10% раствор из колбы *А* переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки, перемешивают и аликвотную часть этого раствора, равную 20 см³, переносят в колбу *А*.

Таблица 1

Массовая доля бора, %	Масса навески, г
От 0,0005 до 0,005	1,0
Св 0,005 до 0,01	0,5
» 0,01 » 0,02	0,2
» 0,02 » 0,04	0,1
» 0,04 » 0,10	0,1

Затем прибавляют в колбу *А* 15 см³ ортофосфорной кислоты, несколько кварцевых или стеклянных бусин и соединяют колбу с прибором с помощью притертого шлифа

Прекращают подачу воды в холодильник *I*, включают холодильник *II*, используя в качестве приемника к холодильнику *II* мерный цилиндр Содержимое колбы *А* нагревают до тех пор, пока не перегонится вся вода (*до постоянства объема раствора в* мерном цилиндре)

После окончания дистилляции воды из колбы *А* прекращают подогрев и включают холодильник *I*; холодильник *II* остается включенным Перегнанную воду переливают количественно из мерного цилиндра в кварцевый стакан или платиновую чашку и сохраняют

В колбу *В* отмеряют 50 см³ метанола (допускается применение эталона), 7—8 см³ раствора гидроокиси натрия и прибавляют несколько стеклянных или кварцевых бусин В затвор С вливают 3 см³ раствора гидроокиси натрия Колбу *В* соединяют с притертой частью прибора и содержимое нагревают постепенно до тех пор, пока половина содержимого колбы не будет перегнана в колбу *А* Отключают холодильник *I*, обе колбы постепенно нагревают в течение 50 мин Весь бор должен находиться в колбе *В* Нагрев колбы *В* прекращают, из колбы *А* перегоняют в колбу *В* весь метанол, потом прекращают подогрев колбы *А*, включают холодильник *I*, в колбу *В* прибавляют 0,5 г углекислого калия натрия и раствор гидроокиси натрия из затвора *С*

Колбу *В* соединяют с притертой частью прибора и, медленно подогревая, перегоняют весь метанол в колбу *А*

Остаток из колбы *В* переносят количественно дистиллированной или деионизированной водой в кварцевый стакан или платиновую чашку

Остаток в колбе *А* обрабатывают следующим образом содержимое колбы разбавляют водой до 250 см³, фильтруют через плотный фильтр с бумажной массой, фильтр с возможным остатком промывают, переносят в платиновый тигель, осторожно высушивают и озоляют, прибавляют 0,5 г безводного углекислого калия-натрия и сплавляют в течение 20 мин Плав выщелачивают 20 см³ ортофосфорной кислоты Раствор переносят в колбу *А* прибора и повторяют процесс дистилляции Полученный дистиллят присоединяют к раствору в кварцевом стакане или платиновой чашке и выпаривают досуха

Сухой остаток в кварцевом стакане или платиновой чашке выщелачивают 5 см³ воды и 1,5 см³ добавляемой по каплям серной кислоты Полученный раствор переносят количественно в мерную колбу или градуированный цилиндр вместимостью 10 см³, после охлаждения доливают водой до метки и перемешивают

Содержимое мерной колбы или градуированного цилиндра фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан. В колбу вместимостью 50 см³ переносят пипеткой 4 см³ фильтрата, прибавляют 0,2 см³ раствора двухлористого олова и при помощи бюретки 40 см³ раствора хинализарина. Содержимое колбы перемешивают, охлаждают, выдерживают 30 мин и измеряют светопоглощение раствора при длине волны 620 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу бора находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. Для построения градуировочного графика к шести навескам железа массой по 1 г, помещенным последовательно в колбу *А*, отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б; к седьмой навеске не добавляют стандартный раствор и проводят контрольный опыт. Колбу каждый раз соединяют с притертой частью дистилляционного прибора и поступают далее по п. 2.3.1, за исключением обработки нерастворимого остатка.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100,$$

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

m_1 — масса навески пробы или части навески, соответствующей аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля бора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,001	0,0005
Св. 0,001 » 0,002	0,001
» 0,002 » 0,005	0,002
» 0,005 » 0,01	0,003
» 0,01 » 0,02	0,005
» 0,02 » 0,05	0,007
» 0,05 » 0,10	0,01
» 0,1 » 0,2	0,02
» 0,2 » 0,5	0,03
» 0,5 » 1,0	0,04
» 1,0 » 2,0	0,05

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА

3.1. Сущность метода

Метод основан на превращении борной кислоты в тетрафторборную и экстракции 1,2-дихлорэтаном окрашенного в голубой цвет соединения тетрафтороборат-ионов с реагентом метиленовым голубым с последующим измерением светопоглощения экстракта при $\lambda = 657$ нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр, фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и раствор с молярной концентрацией эквивалента 2,5 моль/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78 и раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3. К 20 см^3 фтористоводородной кислоты приливают 150 см^3 воды и перемешивают. Хранят в сосуде из полиэтилена.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80 и разбавленная 1 : 1.

Смесь соляной и азотной кислот, свежеприготовленная: к 150 см^3 соляной кислоты приливают 50 см^3 азотной кислоты и перемешивают.

Смесь серной и ортофосфорной кислот: к 180 см^3 ортофосфорной кислоты приливают 20 см^3 серной кислоты и перемешивают.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76 и разбавленная 1 : 1.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Калий фтористый по ГОСТ 10067—80, раствор: 150 г фтористого калия растворяют в воде и разбавляют водой до 1 дм^3. Хранят в сосуде из полиэтилена.

Метиленовый голубой, раствор: 3,739 г метиленового голубого растворяют в воде и разбавляют до 1 дм^3. 100 см^3 полученного раствора разбавляют водой до 1 дм^3.

1,2 — дихлорэтан по ГОСТ 1942—86. 1,2 — дихлорэтан выдерживают с активированным углем в течение двух недель.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Стандартные растворы бора.

Раствор А: 0,5720 г борной кислоты растворяют в небольшом количестве воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г бора.

Раствор Б: 50 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000005 г бора.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79 и раствор в ортофосфорной кислоте: 25 г карбонильного железа помещают в кварцевую коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 300 см³ ортофосфорной кислоты, разбавленной 1 : 1, и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, приливают по каплям перекись водорода до полного окисления железа (около 60 см³), нагревают раствор до кипения и кипятят до полного разложения перекиси водорода.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой и перемешивают. (Во избежание выпадения солей воду следует добавлять малыми порциями и тщательно перемешивать раствор после каждого добавления).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Определение бора в стали, растворимой в растворе серной кислоты*

3.3.1.1. Навеску стали массой 0,25 г помещают в кварцевую колбу, приливают 15 см³ раствора серной кислоты и закрывают кварцевой пришлифованной насадкой с обратным воздушным холодильником (кварцевая трубка длиной около 35 см, с внутренним диаметром около 4 мм).

Содержимое сосуда нагревают при температуре до 150°С с воздушным холодильником до растворения пробы. Потом раствор окисляют, прибавляя по каплям через холодильник 0,5—1,0 см³ раствора перекиси водорода, стенки холодильника ополаскивают небольшими порциями воды и продолжают нагревание в течение 5 мин.

После охлаждения снимают насадку, холодильник ополаскивают небольшими порциями воды и раствор пробы фильтруют через плотный фильтр с бумажной массой в полиэтиленовый сосуд вместимостью 250 см³, на котором меткой обозначены объемы 50 и 100 см³; при фильтровании применяют воронку из пластмассы. Допускается применение платиновых или кварцевых воронок. Фильтр с осадком промывают несколько раз водой, присоединяя промывную жидкость к фильтрату. Фильтр переносят в платиновый тигель, осторожно высушивают и озоляют. Остаток в тигле сплавляют с 0,5 г калия углекислого—натрия углекислого при 700—800°С, плав выщелачивают водой и после охлаждения присоединяют к основному фильтрату.

3.3.1.2. При массовой доле в стали от 0,0005 до 0,005% бора, полученный по п. 3.3.1.1 раствор разбавляют водой до 50 см³, приливают 10 см³ раствора фтористого калия или 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты, перемешивают и оставляют на 2 ч. Допускается оставлять раствор на более длительное время, но не более 1 сут.

Затем прибавляют пипеткой 10 см³ раствора метиленового голубого и доливают до 100 см³ К раствору пипеткой прибавляют 25 см³ 1,2 дихлорэтана, сосуд закрывают полиэтиленовой крышкой, встряхивают в течение 60 с Потом переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 см³, органический слой (нижний) переводят во вторую воронку и промывают встряхиванием с точно отмеренными 10 см³ воды в течение 30 с Органический слой фильтруют через сухой фильтр в сухой полиэтиленовый стакан, пипеткой отбирают 5 см³ фильтрата в мерную колбу вместимостью 25 см³, разбавляют до метки 1,2-дихлорэтаном, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 657 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания в интервале длин волн 620—680 нм

Раствором сравнения служит дихлорэтан Массу бора в граммах находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта

3 3 1 3 При массовой доле бора в стали свыше 0,005 до 0,1%, полученный по п 3 3 1 1 раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

В полиэтиленовый сосуд приливают аликвотные части этого раствора и раствор серной кислоты согласно табл 3

Таблица 3

Массовая доля бора %	Объем аликвотной части см³	Объем 5 н раствора серной кислоты см³
Св 0 005 до 0 025	20	12 0
» 0,025 » 0,05	10	13 5
» 0,05 » 0,10	5	14 0

Раствор в полиэтиленовом сосуде разбавляют водой до объема 50 см³ и далее поступают согласно п 3 3 1 2

3 3 1 1 –3 3 1 3 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3 3 1 4 Для построения градуировочного графика в семь кварцевых сосудов помещают по 0,25 г стали близкой по составу к анализируемой, но не содержащей бор, приливают по 15 см³ раствора серной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения Полученные растворы окисляют прибавлением по 0,5 см³ раствора перекиси водорода, продолжают нагревание в течение 5 мин и после охлаждения переносят в полиэтиленовые сосуды вместимостью 250 см³, на которых меткой обозначены объемы 50 и 100 см³, прибавляют по 0,5 г безводного углекислого калия-натрия и в шесть сосудов последовательно отмеряют 0,25, 0,5; 1,0, 1,5, 2,0, 3,0 см³ стандартного раствора Б Объемы всех растворов доливают водой до 50 см³, прибавляют по 10 см³ раствора

фтористого калия или 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и далее проводят анализ, как указано в п. 3.3.1.2.

Раствор, не содержащий бор, служит для проведения контрольного опыта.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.3.2. Определение бора в стали, нерастворимой в серной кислоте.

Таблица 3а

Массовая доля бора, %	Масса, г
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,50
Св 0 0030 » 0,0060 »	0,25
» 0,0060 » 0,015 »	0,10

Навеску стали массой в соответствии с табл. 3а помещают в кварцевый стакан вместимостью 200 см³, приливают 30 см³ смеси соляной и азотной кислот, стакан накрывают пластмассовой крышкой и растворяют навеску при умеренном нагревании. Затем приливают 10 см³ смеси серной и ортофосфорной кислот и нагревают раствор до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, смывают крышку и стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 40 см³ воды, перемешивают и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. (Во избежание выпадения солей воду следует добавлять малыми порциями и тщательно перемешивать раствор после каждого добавления).

Аликвотную часть раствора 20 см³ помещают в полиэтиленовый сосуд вместимостью 250 см³, приливают полиэтиленовой мензуркой 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, перемешивают и оставляют не менее чем на 30 мин. Допускается оставлять раствор на более длительное время, но не более 1 сут. Затем приливают 10 см³ раствора карбонильного железа, 20 см³ воды, 5 см³ раствора метиленового голубого, 25 см³ 1,2-дихлорэтана, перемешивая раствор после добавления каждого реактива. Сосуд закрывают полиэтиленовой крышкой, встряхивают в течение 60 с. Потом переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 см³, органический слой (нижний) фильтруют через сухой фильтр или вату в сухой стакан вместимостью 50 см³. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 657 нм или на фотоэлектроколометре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания в интервале длин волн 620—680 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит дихлорэтан.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2.1. Для построения градуировочного графика в семь кварцевых стаканов вместимостью 200 см³ помещают навески карбонильного железа в соответствии с табл. 4. В шесть стаканов приливают последовательно 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора бора Б. Седьмой стакан служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы приливают 30 см³ смеси соляной и азотной кислот, стаканы накрывают пластмассовыми крышками и растворяют навески при умеренном нагревании.

Далее поступают, как указано в п. 3.3.2. Из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им значениям массы бора в аликвотной части раствора строят градуировочный график.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.3.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

3а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА В СТАЛЯХ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ ВАНАДИЯ до 1%

3а. 1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения бора с Аш-резорционом и тионином при pH 5,0—5,2 после отделения бора гидроокисью натрия в сильнощелочной среде при pH 12—13. Светопоглощение раствора измеряют при $\lambda = 500—520$ нм.

Вольфрам и молибден не мешают определению, влияние алюминия устраняют добавлением трилона Б.

3а. 2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр, фотоэлектроколориметр, pH-метр.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77, раствор с молярной концентрацией 6,0 моль/дм³, 1 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—78.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270—72, раствор с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с молярной концентрацией 5,0 моль/дм³, 1,0 моль/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3: 1,86 г трилона Б растворяют в 100 см^3 воды.

Аммиак водный по ГОСТ 24147—80, раствор с молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Аш-резорцин, динатриевая соль, раствор с молярной концентрацией 0,001 моль/дм^3: 0,0494 г Аш-резорцина растворяют в 100 см^3 воды.

Тионин 2-водный, краситель для микроскопии, спиртовый, раствор с молярной концентрацией 0,001 моль/дм^3: 0,029 г тионина растворяют в 100 см^3 этилового спирта.

Буферный раствор: готовят смешиванием равных объемов раствора уксусной кислоты (0,5 моль/дм^3) и раствора аммиака (0,5 моль/дм^3), затем устанавливают pH 5,0—5,2 по pH-метру добавлением растворов уксусной кислоты или аммиака.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

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 раствора А содержит 0,001 г бора.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г бора. Раствор Б готовят перед употреблением.

Вода бидистиллированная по ГОСТ 6709—72, дополнительно очищенная пропусканием через анионит АВ-17 и катионит КУ-2.

3а.3. Проведение анализа

3а.3.1. Навеску стали массой, указанной в табл. 3б помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 смеси воды, соляной и азотной кислот в соотношении 1:1:1, 2 см^3 ортофосфорной кислоты, стакан накрывают пластмассовой крышкой и растворяют навеску при умеренном нагревании.

Таблица 3б

Массовая доля бора, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части, см^3
От 0,002 до 0,005 включ.	0,5	25
Св. 0,005 » 0,01 »	0,5	20
» 0,01 » 0,02 »	0,25	20
» 0,02 » 0,03 »	0,25	10

Если проба не растворяется в указанной смеси, для растворения используют смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1 или 8 : 1 с добавлением 2 см³ ортофосфорной кислоты.

После растворения приливают 8 см³ разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают до выделения слабых паров серной кислоты.

Соли растворяют в 5 см³ соляной кислоты, затем приливают 30—40 см³ воды и кипятят до полного растворения солей.

Нерастворимый остаток отфильтровывают через плотный фильтр, в кварцевый стакан вместимостью 200 см³, стакан и фильтр промывают несколько раз горячей водой. Фильтр помещают в платиновый тигель, 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 см³ соляной кислоты и присоединяют к основному фильтрату.

Объединенный раствор выпаривают до 40—60 см³.

К раствору приливают порциями 60 см³ раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией 5 моль/дм³.

Для коагуляции осадка стакан ставят на водяную баню на 30 мин. Раствор с осадком охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую кварцевую колбу через фильтр средней плотности.

Из фильтрата отбирают пипеткой аликвотную часть раствора для определения бора и помещают в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 0,5 см³ раствора трилона Б (если масса алюминия в аликвотной части раствора превышает 0,25 мг, объем трилона Б увеличивают до 2,5 см³), воды до 20 см³ и с помощью pH-метра устанавливают pH 5,0 раствором соляной кислоты вначале с молярной концентрацией 6 моль/дм³, а затем 1 моль/дм³ или раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией 1 моль/дм³.

Затем добавляют точно 5 см³ раствора Аш-резорцина и 1 см³ раствора тионина при перемешивании, содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, ополаскивают стакан буферным раствором, доливают до метки буферным раствором, перемешивают и через 18—24 ч измеряют оптическую плотность раствора при λ=500—520 нм относительно контрольного опыта, проведенного через весь ход анализа.

При массовой доле бора свыше 0,0005% проводят измерение через 2 ч.

Массу бора находят по градуировочному графику.

3а.3.1 1. Для построения градуировочного графика в семь кварцевых стаканов вместимостью 100 см³ помещают навески карбонильного железа в соответствии с массой навески, указанной

в табл. 3б. В шесть стаканов приливают последовательно 1,0; 4,0; 7,0; 10,0; 12,0; 15,0 см³ стандартного раствора бора Б. Седьмой стакан служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы приливают 20 см³ смеси воды, соляной и азотной кислот в соотношении 1:1:1, 2 см³ ортофосфорной кислоты, стаканы накрывают пластмассовыми крышками и растворяют навески при умеренном нагревании.

Далее поступают, как указано в п. 3а.3.1.

По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им значениям массы бора в аликвотной части раствора строят градуировочный график.

3а.4. Обработка результатов

3а.4.1. Массовую долю бора (X'_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X'_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100,$$

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

m_1 — масса навески стали, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3а.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Разд. 3а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100,$$

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

m_1 — масса навески стали, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4. МЕТОД ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на отделении бора от железа, никеля, хрома, молибдена и других элементов щелочью и хлористым барием с последующим определением бора в фильтрате методом потенциометрического титрования. Перед титрованием pH раствора устанавливают равным 6,9, добавляют маннит или инвертный сахар и титруют образовавшуюся комплексную кислоту раствором гидроокиси натрия до первоначального значения pH, равного 6,9.

4 2 Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр (pH-метр)

Электроды стеклянный и каломельный или хлорсеребряный, прилагаемые к потенциометру (pH-метру).

Мешалка

Сосуды из кварца или стекла, не содержащего бор

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 1, 1 10

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм³ свежеприготовленный

Бария гидроокись по ГОСТ 4107—78, раствор 50 г гидроксида бария растворяют в воде и раствор разбавляют водой до 1000 см³

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 5, 0,1 и раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³

Раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, гидроокиси натрия к 5000 см³ раствора, содержащего 0,004 г/см³ гидроокиси натрия, приливают 10—15 см³ раствора гидроксида бария, перемешивают и дают отстояться осадку в течение суток

Раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ гидроокиси натрия раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³ гидроокиси натрия разбавляют прокипяченной в течение 1 ч и охлажденной водой в отношении 1 4 и перемешивают

Устанавливают массовую концентрацию раствора в стакан вместимостью 400 см³ помещают от 5 до 10 см³ стандартного раствора бора, приливают 250 см³ воды, опускают мешалку и электроды, присоединенные к потенциометру Приводят во вращение мешалку, приливают раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³ гидроокиси натрия почти до pH 6,9 и затем устанавливают точное значение pH=6,9, приливая из бюретки раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ гидроокиси натрия К раствору, имеющему pH=6,9, приливают 30 см³ раствора маннита или инвертного сахара (при этом pH раствора понижается) и титруют раствором с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ гидроокиси натрия до исходного значения pH=6,9

Массовую концентрацию раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ гидроокиси натрия (C), выраженную в граммах бора на кубический сантиметр, вычисляют по формуле

$$C=\frac{0\,0004\ V}{V_1-V_2},$$

где 0,0004 — концентрация бора в стандартном растворе, г/см³,

V — объем стандартного раствора бора, взятый для титрования, см³,

V_1 — объем раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³,

V_2 — объем раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ гидроокиси натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Стандартный раствор бора: 2,288 г борной кислоты растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают

1 см³ раствора содержит 0,0004 г бора.

D (—) Маннит по ГОСТ 8321—74, насыщенный раствор.

Сахароза по ГОСТ 5833—75.

Раствор инвертного сахара: 1 кг сахарозы растворяют в 650 см³ воды, приливают 10 см³ соляной кислоты (1 : 10) и нагревают в течение 2—3 ч при 80—90°С, затем охлаждают и приливают раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³ гидроокиси натрия. Объем раствора щелочи, необходимый для нейтрализации соляной кислоты, устанавливают предварительным титрованием 10 см³ соляной кислоты (1 : 10) раствором с массовой концентрацией 100 г/дм³ гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

Калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332—76.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,01 М раствор.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор в этиловом спирте с массовой концентрацией 20 г/дм³.

4.3. Проведение анализа

Масса навески стали в зависимости от массовой доли бора приведена в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля бора, %	Масса навески, г
От 0,05 до 0,25	2
Св. 0,25 » 1,0	1
» 1,0 » 2,0	0,5

Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и приливают 40 см³ соляной кислоты (1 : 1).

Колбу закрывают резиновой пробкой со вставленным в нее обратным водяным холодильником, содержимое колбы нагревают до растворения навески, затем приливают 10—20 см³ раствора перекиси водорода и кипятят в течение 10 мин. Допускается

растворение навески при 100°С без холодильника в колбе, закрытой часовым стеклом.

В случае неполного растворения пробы раствор фильтруют через плотный фильтр с бумажной массой. Фильтр с осадком промывают раствором соляной кислоты (1 : 10) и горячей водой, присоединяя промывные воды к фильтрату. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и остаток сплавляют с 0,5 г безводного углекислого калия-натрия при 900—950°С. После охлаждения плав выщелачивают 20—30 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1) и присоединяют раствор к основному фильтрату.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до 200—300 см³ и приливают раствор гидроокиси натрия с молярной концентрацией 5 моль/дм³, до начала выпадения гидроксидов. Выпавшие гидроксиды растворяют, прибавляя по каплям соляную кислоту (1 : 1), прибавляют 30—35 см³ хлористого бария, и после перемешивания 10—15 см³ раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией 5 моль/дм³. Затем раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр в сухую мерную колбу вместимостью 250 см³. В стакан вместимостью 400 см³ переносят 250 см³ фильтра, осторожно приливают раствор соляной кислоты (1 : 1) до изменения окраски индикатора метилового оранжевого и прибавляют 5 см³ раствора трилона Б. Содержимое стакана кипятят в течение 3—5 мин и охлаждают.

В стакан с испытуемым раствором опускают мешалку и электроды, присоединенные к потенциометру. Приводят во вращение мешалку, приливают раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³ гидроокиси натрия почти до pH 6,9 и затем устанавливают точное значение pH=6,9, приливая из бюретки раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ гидроокиси натрия.

К раствору, имеющему pH=6,9, приливают 30 см³ раствора маннита или инвертного сахара (при этом pH раствора понижается) и титруют раствором с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³ гидроокиси натрия до исходного значения pH=6,9.

4.1—4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.4. *Обработка результатов*

4.4.1. Массовую долю бора (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot C}{m} \cdot 100,$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

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

C — массовая концентрация раствора гидроокиси натрия, $г/см^3$;

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

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Н. П. Лякишев, проф. член-корр.; **Г. В. Козина**, канд. хим. наук; **Р. Д. Малинина**, канд. хим. наук; **Н. И. Елина**; **В. А. Балусов**; **З. Т. Кобозева**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.01.82 № 381

3. ВЗАМЕН ГОСТ 12360—66

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 83—79	3а 2
ГОСТ 1942—86	3 2
ГОСТ 3118—77	2 2, 3 2, 3а 2, 4 2
ГОСТ 4107—78	4 2
ГОСТ 4108—72	4 2
ГОСТ 4204—77	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 4328—77	2 2, 3а 2, 4 2
ГОСТ 4332—76	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 4461—77	3 2, 3а 2
ГОСТ 5833—75	4 2
ГОСТ 5962—67	3а 2
ГОСТ 6552—80	2 2, 3 2, 3а 2
ГОСТ 6563—75	3 2
ГОСТ 6709—72	2 2, 3а 2
ГОСТ 6995—77	2 2
ГОСТ 8321—74	4 2
ГОСТ 9656—75	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 10067—80	3 2
ГОСТ 10484—78	3 2
ГОСТ 10652—73	3а 2, 4 2
ГОСТ 10929—76	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 11125—84	3 2, 3а 2
ГОСТ 13610—79	2 2, 3 2, 3а 2
ГОСТ 14261—77	3 2, 3а 2
ГОСТ 24147—80	3а 2

5. Срок действия продлен до 01.01.98 Постановлением Госстан- СССР от 09.06.87 № 1941

gost.e-ecolog.ru

6. Переиздание (июнь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 9—87)