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

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.	0,00005	0,00007
Св. 0,0003 » 0,0006 »	0,0001	0,0002
» 0,0003 » 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/см^3 и раствор 0,5 моль/дм^3.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

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/см^3

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/дм^3.

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 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором серной кислоты 0,5 моль/дм^3 до метки и перемешивают; готовят перед применением 1 см^3 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 см^3 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 см^3 раствора соляной кислоты (1:3) и 150—200 см^3 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