

12360-82



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
С О Ю З А С С Р

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА

ГОСТ 12360—82

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

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 20530—81.

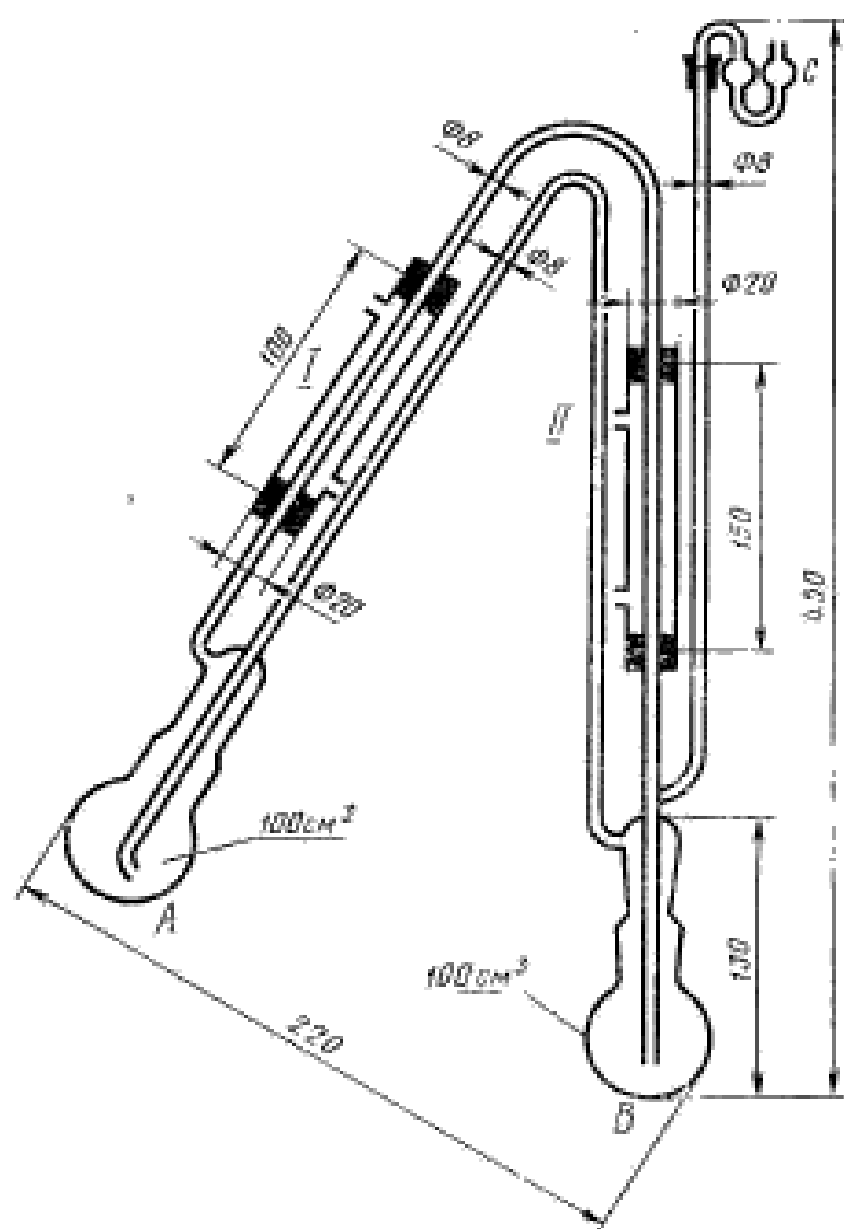
2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА**2.1. Сущность метода**

Метод основан на отделении бора в виде борнометиллового эфира дистилляцией с метиловым спиртом с последующим образованием окрашенного в синий цвет соединения борной кислоты с хинализарином в сернокислом растворе. Светопоглощение раствора измеряют при λ —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.



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 гидроксид 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 количестве 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 I 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 *A* 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 *A* нагревают до тех пор, пока не перегонится вся вода (до постоянства объема раствора в мерном цилиндре).

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

Колбу *B* соединяют с притертой частью прибора и, медленно подогревая, перегоняют весь метанол в колбу *A*.

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

Остаток в колбе *A* 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 *A* 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 тетрафторборат-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/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78 и раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³. К 20 см³ фтористоводородной кислоты приливают 150 см³ 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 см³ соляной кислоты приливают 50 см³ азотной кислоты и перемешивают.

Смесь серной и ортофосфорной кислот: к 180 см³ ортофосфорной кислоты приливают 20 см³ 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 дм³.

Хранят в сосуде из полиэтилена.

Метиленовый голубой, раствор: 3,739 г метиленового голубого растворяют в воде и разбавляют до 1 дм³. 100 см³ полученного раствора разбавляют водой до 1 дм³.

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 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 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°C 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°C, 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, см ³	Объем 5 н. раствора серной кислоты, см ³
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 За

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. За 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, доводя 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 фотоэлектроколметре 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).

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

За. 1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения бора с Аш-резорцином 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.

За. 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/дм³: 1,86 г трилона Б растворяют в 100 см³ воды.

Аммиак водный по ГОСТ 24147—80, раствор с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Аш-резорцин, динатриевая соль, раствор с молярной концентрацией 0,001 моль/дм³: 0,0494 г Аш-резорцина растворяют в 100 см³ воды.

Тионин 2-водный, краситель для микроскопии, спиртовый, раствор с молярной концентрацией 0,001 моль/дм³: 0,029 г тионина растворяют в 100 см³ этилового спирта.

Буферный раствор: готовят смешиванием равных объемов раствора уксусной кислоты (0,5 моль/дм³) и раствора аммиака (0,5 моль/дм³), затем устанавливают рН 5,0—5,2 по рН-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 см³ воды в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г бора.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ 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 см³, приливают 20 см³ смеси воды, соляной и азотной кислот в соотношении 1:1:1, 2 см³ 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°C. Остаток в тигле сплавляют с 1 г углекислого натрия при 950—1000°C 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 см².

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 рН-метра устанавливают рН 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 $\lambda=500—520$ 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.

За.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; 12,5; 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 рН раствора устанавливают равным 6,9, добавляют маннит или инвертный сахар и титруют образовавшуюся комплексную кислоту раствором гидроксида натрия до первоначального значения рН, равного 6,9.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр (рН-метр).

Электроды: стеклянный и каломельный или хлорсеребряный, прилагаемые к потенциометру (рН-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 рН 6,9 и затем устанавливают точное значение рН=6,9, приливая из бюретки раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ гидроокиси натрия. К раствору, имеющему рН=6,9, приливают 30 см³ раствора маннита или инвертного сахара (при этом рН раствора понижается) и титруют раствором с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ гидроокиси натрия до исходного значения рН=6,9.

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

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

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

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

V₁ — 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°C, 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.

Метилловый 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°C 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°C. 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

$$X_2 = \frac{(V - V_0) \cdot C}{m} \cdot 100,$$

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; Э. 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—88	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 10852—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 Госстандарта СССР от 09.06.87 № 1941

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