

12360-82



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

**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 потенциметрического 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 хинализарном 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.

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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> стандартного раствора бора Б. Седьмой стакан служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы приливают 30 см<sup>3</sup> 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. ФТОМЕТРИЧЕСКИЙ 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/дм<sup>3</sup>, 1 моль/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с молярной концентрацией 5,0 моль/дм<sup>3</sup>, 1,0 моль/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

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

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

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

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

Буферный раствор: готовят смешиванием равных объемов раствора уксусной кислоты (0,5 моль/дм<sup>3</sup>) и раствора аммиака (0,5 моль/дм<sup>3</sup>), затем устанавливают рН 5,0—5,2 по рН-метру добавленным раствором уксусной кислоты или аммиака.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Стандартные растворы бора.

Раствор А: 5,7154 г борной кислоты растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г бора.

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г бора. Раствор Б готовят перед употреблением.

Вода бидистиллированная по ГОСТ 6709—72, дополнительно очищенная пропусканием через аннионит 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<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> смеси воды, соляной и азотной кислот в соотношении 1:1:1, 2 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, стакан накрывают пластмассовой крышкой и растворяют навеску при умеренном нагревании.

Таблица 3б

Массовая доля бора, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты.

После растворения приливают 8 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают до выделения слабых паров серной кислоты.

Соли растворяют в 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, затем приливают 30—40 см<sup>3</sup> воды и кипятят до полного растворения солей.

Нерастворимый остаток отфильтровывают через плотный фильтр, в кварцевый стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты и присоединяют к основному фильтрату.

Объединенный раствор выпаривают до 40—60 см<sup>2</sup>.

К раствору приливают порциями 60 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией 5 моль/дм<sup>3</sup>.

Для коагуляции осадка стакан ставят на водяную баню на 30 мин. Раствор с осадком охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б (если масса алюминия в аликвотной части раствора превышает 0,25 мг, объем трилона Б увеличивают до 2,5 см<sup>3</sup>), воды до 20 см<sup>3</sup> и с помощью рН-метра устанавливают рН 5,0 раствором соляной кислоты вначале с молярной концентрацией 6 моль/дм<sup>3</sup>, а затем 1 моль/дм<sup>3</sup> или раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Затем добавляют точно 5 см<sup>3</sup> раствора Аш-резорцина и 1 см<sup>3</sup> раствора тионина при перемешивании, содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> стандартного раствора бора Б. Седьмой стакан служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы приливают 20 см<sup>3</sup> смеси воды, соляной и азотной кислот в соотношении 1:1:1, 2 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, стаканы накрывают пластмассовыми крышками и растворяют навески при умеренном нагревании.

Далее поступают, как указано в п. За.3.1.

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

#### За.4. Обработка результатов

За.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.

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

Разд. За (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 гидроксида натрия до первоначального значения pH, 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/дм<sup>3</sup> свежеприготовленный.

Бария гидроксид по ГОСТ 4107—78, раствор: 50 г гидроксида бария растворяют в воде и раствор разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, 5; 0,1 и раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм<sup>3</sup>.

Раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия: к 5000 см<sup>3</sup> раствора, содержащего 0,004 г/см<sup>3</sup> гидроксида натрия, приливают 10—15 см<sup>3</sup> раствора гидроксида бария, перемешивают и дают отстояться осадку в течение суток.

Раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия: раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия разбавляют прокипяченной в течение 1 ч и охлажденной водой в отношении 1:4 и перемешивают.

Устанавливают массовую концентрацию раствора: в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> помещают от 5 до 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора бора, приливают 250 см<sup>3</sup> воды, опускают мешалку и электроды, присоединенные к потенциометру. Приводят во вращение мешалку, приливают раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup> гидроксида 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/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия. К раствору, имеющему рН=6,9, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора маннита или инвертного сахара (при этом рН раствора понижается) и титруют раствором с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия до исходного значения рН=6,9.

Массовую концентрацию раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм<sup>3</sup> гидроксида 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/см<sup>3</sup>;

V — объем стандартного раствора бора, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> — объем раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм<sup>3</sup> гидроокиси натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Стандартный раствор бора: 2,288 г борной кислоты растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, приливают 10 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> гидроокиси натрия. Объем раствора щелочи, необходимый для нейтрализации соляной кислоты, устанавливают предварительным титрованием 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:10) раствором с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup> гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

Калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332—76.

Метилловый оранжевый, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор в этиловом спирте с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>.

#### 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 см<sup>3</sup> и приливают 40 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и присоединяют раствор к основному фильтрату.

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

К раствору, имеющему рН=6,9, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора маннита или инвертного сахара (при этом рН раствора понижается) и титруют раствором с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup> гидроокиси натрия до исходного значения рН=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, см<sup>3</sup>;

- $V_1$  — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;
- $C$  — массовая концентрация раствора гидроокиси натрия, г/см<sup>3</sup>;
- $m$  — 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. Ляншев, 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

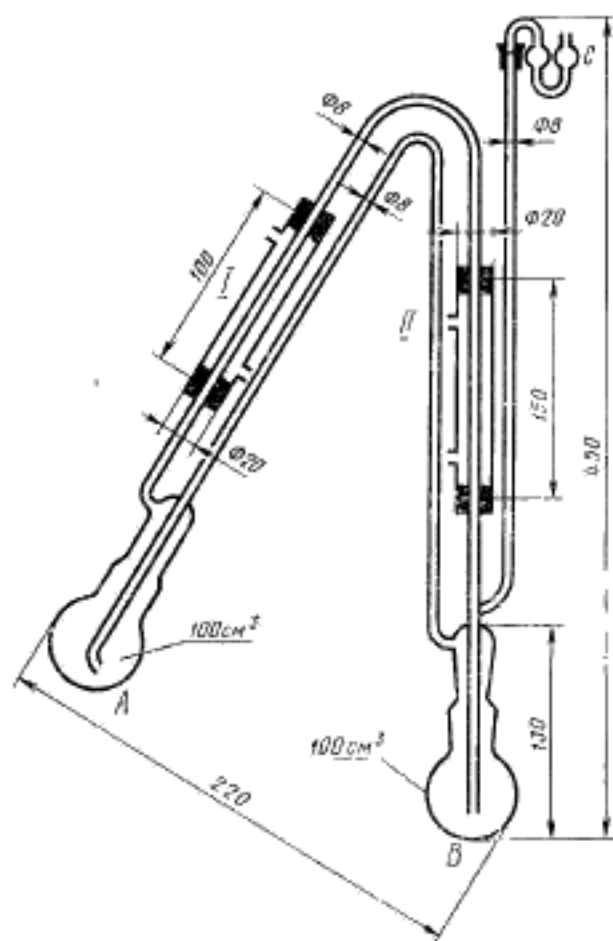
## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 12360—66

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 83—79	3а.2
ГОСТ 1942—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 10632—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]



Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3. Перед применением кислоту очищают 2—3 раза дистилляцией, прибавляя по 10 см<sup>3</sup> метанола на каждые 250 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> метанола на каждые 250 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды и серную кислоту до 2 дм<sup>3</sup>, 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 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г бора.

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

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:3) или 10—15 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают и aliquотную часть этого раствора, равную 20 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> метанола (допускается применение эталона), 7—8 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и прибавляют несколько стеклянных или кварцевых бусин. В затвор *C* вливают 3 см<sup>3</sup> 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 демонизированной водой в кварцевый стакан или платиновую чашку.

Остаток в колбе *A* обрабатывают следующим образом: содержимое колбы разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды и 1,5 см<sup>3</sup> добавляемой по каплям серной кислоты. Полученный раствор переносят количественно в мерную колбу или градуированный цилиндр вместимостью 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> переносят пипеткой 4 см<sup>3</sup> фильтрата, прибавляют 0,2 см<sup>3</sup> раствора двухлористого олова и при помощи бюретки 40 см<sup>3</sup> раствора хиализарина. 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 см<sup>3</sup> 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 0,0006 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/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78 и раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>. К 20 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты приливают 150 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> соляной кислоты приливают 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты и перемешивают.

Смесь серной и ортофосфорной кислот: к 180 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты приливают 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Хранят в сосуде из полиэтилена.

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

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<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г бора.

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

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 300 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, приливают по каплям перекись водорода до полного окисления железа (около 60 см<sup>3</sup>), нагревают раствор до кипения и кипятят до полного разложения перекиси водорода.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, на котором меткой обозначены объемы 50 и 100 см<sup>3</sup>; 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 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора фтористого калия или 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора метиленового голубого и доливают до 100 см<sup>3</sup>. К раствору пипеткой прибавляют 25 см<sup>3</sup> 1,2-дихлорэтана, сосуд закрывают полиэтиленовой крышкой, встряхивают в течение 60 с. Потом переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 см<sup>3</sup>, органический слой (нижний) переводят во вторую воронку и промывают встряхиванием с точно отмеренными 10 см<sup>3</sup> воды в течение 30 с. Органический слой фильтруют через сухой фильтр в сухой полиэтиленовый стакан, пипеткой отбирают 5 см<sup>3</sup> фильтрата в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, 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 <sup>3</sup>	Объем 5 н. раствора серной кислоты, см <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения. Полученные растворы окисляют прибавлением по 0,5 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода, продолжают нагревание в течение 5 мин и после охлаждения переносят в полиэтиленовые сосуды вместимостью 250 см<sup>3</sup>, на которых меткой обозначены объемы 50 и 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. Объемы всех растворов доливают водой до 50 см<sup>3</sup>, прибавляют по 10 см<sup>3</sup> раствора

фтористого калия или 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот, стакан накрывают пластмассовой крышкой и растворяют навеску при умеренном нагревании. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, перемешивают и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> помещают в полиэтиленовый сосуд вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают полиэтиленовой мензуркой 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора карбонильного железа, 20 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора метиленового голубого, 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, органический слой (нижний) фильтруют через сухой фильтр или вату в сухой стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>. 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.