

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Методы определения бора

Hard-facing materials.
Methods of boron determination

ГОСТ
И 1930.9-79*

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262 срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает объемный метод определения бора (при массовой доле бора от 0,7 до 17%) и фотоколориметрический метод определения бора (при массовой доле бора от 0,02 до 0,2%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ И 1930.0—79.

2. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА

2.1. Сущность метода

Метод предназначен для анализа порошков из сплавов для наплавки, смесей порошков для наплавки и боридов хрома.

Метод основан на образовании борной кислоты и ее титровании раствором щелочи в присутствии маннита.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические ВЛА-200М, АДВ-200 или любого другого типа, обеспечивающие взвешивание с погрешностью не более 0,0002 г.

pH-метр марки ЛПУ или любого другого типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3—85).



Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Натрий сернокислый пиро по ГОСТ 18344—78.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, 20, 10%-ные и 0,1 н. растворы.

Конго красный.

Метиловый красный.

Маннит по ГОСТ 8321—74.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску массой в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу с обратным холодильником и растворяют в 40 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, или в 40 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Затем приливают 2 см³ азотной кислоты.

Таблица 1

Массовая доля бора, %	Масса навески, г
От 0,7 до 4	0,5
Св 7 * 9	0,2
* 9 * 17	0,1

Если навеска полностью не растворилась, то раствор фильтруют, промывают водой фильтр (фильтрат и промывные воды сохраняют) и сплавляют навеску с пирокислым натрием при 650—700°C. Плав выщелачивают водой и присоединяют к фильтрату. Анализируемый раствор нейтрализуют 20%-ным раствором гидроксида натрия по конго и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, содержащую 25—30 см³ горячего раствора гидроксида натрия. Охлажденный раствор разбавляют водой до метки и перемешивают. Содержимое колбы отфильтровывают в сухой стакан и отбирают 150—200 см³ раствора для определения содержания бора. К раствору добавляют соляную кислоту, разбавленную 1:1, до перехода окраски индикатора метилового красного из желтой в красную и еще 1 см³ в избыток. Для удаления углекислого газа раствор кипятят 10 мин, быстро охлаждают и нейтрализуют 10%-ным, а затем по рН-метру 0,1 н. раствором гидроксида натрия, устанавливая рН 6,9. К раствору добавляют маннит (на 0,01 г бора расходуется 10 г маннита) и начинают титровать борную кислоту 0,1 н. раствором гидроксида натрия до возвращения рН раствора к рН 6,9. Прибавляют еще маннит и, если рН раствора остается равным 6,9, то титрование считают законченным.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на содержание бора в реактивах.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{250 \cdot T(V_1 - V_2) \cdot 100}{V \cdot m}$$

где T — титр 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, выраженный в г/см³ бора;

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, затраченный на титрование бора, см³;

V_2 — объем 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, затраченный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m — масса навески, 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 0,7 до 1,0	0,05
Св. 1,0 » 4,0	0,10
» 4,0 » 17	0,15

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА

3.1. Сущность метода

Метод предназначен для анализа прутков для наплавки марки Пр-ВЗК-Р.

Метод основан на образовании в сернистой среде окрашенного внутрикомплексного соединения борной кислоты с кармином.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметры марок ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 20%-ный раствор и разбавленная 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, 30%-ный раствор.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота карминовая, 0,01%-ный раствор; готовят растворением реактива в концентрированной серной кислоте.

Борная кислота по ГОСТ 9656—75, стандартный раствор бора; готовят следующим образом: 0,1425 г борной кислоты растворяют в 1000 см³ 20%-ного раствора серной кислоты.

1 см³ раствора содержит 0,000025 г бора.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску массой 0,3 г растворяют в 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, с последующим добавлением 0,5 см³ азотной кислоты. Растворение проводят в конической колбе с обратным холодильником в течение 1,5—2 ч. После разложения пробы колбы снимают, охлаждают и промывают холодильник небольшим количеством воды.

Раствор в колбе нейтрализуют по конго раствором углекислого натрия и вводят в избыток 2—2,5 см³. Содержимое колбы нагревают до кипения, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают в сухой стакан через сухой фильтр и для определения бора отбирают аликвотную часть 2—5 см³ анализируемого раствора в стакан вместимостью 50 см³. Содержимое стакана выпаривают досуха, затем приливают 0,5 см³ ортофосфорной кислоты, 20 см³ карминовой кислоты и 4,5 см³ 20%-ного раствора серной кислоты, хорошо перемешивают и оставляют для образования устойчивого окрашенного комплексного соединения. Через 30 мин оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с желтым светофильтром ($\lambda = 582$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Содержание бора в граммах находят по градуировочному графику.

Одновременно проводят три контрольных опыта на определение содержания бора в реактивах. Раствор контрольного опыта используют в качестве раствора сравнения.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В стакан приливают по 0,5 см³ раствора ортофосфорной кислоты и от 0,2 до 1 см³ стандартного раствора борной кислоты с интервалом 0,2 см³ и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{50m \cdot 100}{m_1 V},$$

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

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

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

Таблица 3

Массовая доля бора, %	Абсолютные допустимые расхождения, %
От 0,02 до 0,1	0,003
Св. 0,1 до 0,2	0,02

Изменение № 2 ГОСТ 11930.9—79 Материалы наплавочные. Методы определения бора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3905

Дата введения 01.07.90

Пункт 2.2. Второй абзац изложить в новой редакции: «Иономер ЭВ-74 или другой прибор с пределом погрешности $\pm 0,05$ pH»;

дополнить абзацами (после второго):

«Электрод стеклянный типа ЭСЛ-41 Г-0,5

Электрод хлоросеребряный ЭВЛ-1

Магнитная мешалка

Бюретка стеклянная по ГОСТ 1770—74»;

дополнить абзацами (после шестого):

«Барий гидроксид 8-водный по ГОСТ 4108—72 с массовой долей 5 %

Кислота борная по ГОСТ 9656—75 свежеперекристаллизованная»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, с массовой долей 20,10 % и 0,1 М (фиксанал).

При отсутствии фиксанала 0,1 М раствор натрия гидроксида готовят следующим образом: 4 г гидроксида натрия в 1 дм³ дистиллированной воды, добавляют 3 см³ раствора гидроксида бария с массовой долей 5 %, перемешивают и дают отстояться осадку в течение суток. Раствор хранят в закрытой полиэтиленовой посуде.

Массовую концентрацию раствора гидроксида натрия устанавливают по борному ангидриду следующим образом: перекристаллизованную борную кислоту прокалывают в платиновой чашке или тигле сначала при температуре 200—250 °С, затем при 800—850 °С в течение 30—40 мин до постоянной массы. Навеску образовавшегося борного ангидрида массой 3,48 г осторожно растворяют в воде при нагревании и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют свежeproкаливающей водой до метки и перемешивают.

Отбирают 10 см³ стандартного раствора борного ангидрида в стакан вместимостью 200 см³, приливают 150 см³ прокипяченной воды, устанавливают 0,1 М раствора гидроксида натрия значение pH—6,9. Приливают раствор инвертного сахара или маннита и титруют 0,1 М раствором гидроксида натрия до возвращения стрелки гальванометра до значения pH—6,9.

(Продолжение см. с. 50)



Массовую концентрацию 0,1 М раствора гидроксида натрия по бору вычисляют по формуле

$$T_{\text{NaOH по В}} = \frac{3,48 \cdot 0,31057}{V \cdot 100}$$

где V — количество раствора гидроксида натрия, израсходованное на титрование, см³;

0,31057 — коэффициент пересчета борного ангидрида на бор;

восьмой абзац дополнить словами: «или бумага Конго. Приготовление раствора конго красный: растворяют 0,1 г индикатора в 100 см³ воды»;

девятый абзац дополнить словами: «с массовой долей 0,1 %: 0,2 г индикатора растворяют в смеси 60 см³ этилового спирта и 40 см³ воды»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Маннит по ГОСТ 8321—74 или сахароза по ГОСТ 5833—75. Приготовление раствора сахарозы: растворяют 600 г сахарозы в 200 см³ свежeproкляченной воды при осторожном нагревании и перемешивании до полного просветления раствора. Горячий раствор фильтруют через стеклянный фильтр, нагревают почти до кипения и прибавляют 5 см³ 3 М серной кислоты, 1—2 мин сильно взбалтывают, приливают 300 см³ воды, в которую добавляют 5 см³ 3 М гидроксида натрия, свободного от карбонатов. Раствор хорошо перемешивают и по охлаждению проверяют реакцию по метиловому красному. Реакция должна быть нейтральной; раствор содержит 55 % инвертного сахара»;

дополнить абзацами: «Бария гидроокись 8-водная по ГОСТ 4107—78 с массовой долей 5 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87».

Пункт 2.3.1 Второй абзац. Заменить слова: «20%-ным раствором» на «раствором с массовой долей 20 %»; «10%-ным раствором» на «раствором с массовой долей 10 %»; 0,1 н. на 0,1 М (2 раза).

Пункт 2.4.1. Заменить слово и значение: «титр» на «массовая концентрация»; 0,1 н. на 0,1 М (3 раза)

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

(Продолжение см. с. 51)

Таблица 2

Массовая доля бора, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,70 до 1,00 включ.	0,05	0,10
Св. 1,00 » 4,00 »	0,10	0,15
> 4,00 » 17,00 »	0,15	0,20

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: «марки Пр-ВЗК-Р».

Пункт 3.2. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %» (2 раза); «30%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»; «0,1%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,1 %».

(Продолжение см. с. 52)

Пункт 3.3.1. Заменить слова: «20%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 20 %».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значе- ний допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля бора, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,020 до 0,100 включ.	0,003	0,005
Св. 0,100 > 0,200 >	0,020	0,030

(ИУС № 3 1990 г.)