

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ТА ЧАВУН
Методи визначання боруSTEEL AND IRON
Methods for determination of boron

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки бору в сталі та чавуні: фотометричні та екстракційно-фотометричний (від 0,0005% до 0,10%) та потенціометричний (від 0,05% до 2,0%).

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:
ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови
ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека.
Загальні вимоги та номенклатура видів захисту
ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева та чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу
ДСТУ 8923:2019 Чавун, сталь, феросплави, хром та марганець металеві. Загальні вимоги до методів аналізу

Примітка. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації — каталогом національних нормативних документів і щомісячним інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

Видання офіційне

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізу наведено в ДСТУ 7749 та ДСТУ 8923.

3.2 Норми точності й нормативи контролю точності визначення масової частки міді наведено в розділі 8.

4 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ БОРУ ВІД 0,0005% ДО 0,10%

4.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні забарвленої в синій колір комплексної сполуки борної кислоти з хіналізаріном в сірчанокиислому середовищі та подальшому вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину за довжини хвилі 620 нм.

Бор заздалегідь відокремлюють від супутних елементів дистиляцією з метиловим спиртом у вигляді борнометилового ефіру.

4 Апаратура, реактиви та розчини

Дистиляційний апарат виготовлений з кварцу чи скла, що не містить бору (рисунок 1). Допустимо застосовувати апарати іншої конструкції.

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота соляна — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота сірчана — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:3.

Перед застосуванням кислоту очищують (2—3) рази дистиляцією, додаючи по 10 см³ метилового спирту на кожні 250 см³ кислоти. Дистиляцію виконують до початку виділення парів сірчаної кислоти.

Кислота ортофосфорна — згідно з чинним нормативним документом.

Перед застосуванням кислоту очищують (2—3) рази дистиляцією, додаючи по 10 см³ метилового спирту на кожні 250 см³ кислоти. Дистиляцію виконують до початку виділення парів ортофосфорної кислоти.

Олово двохлористе 2-водне — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 10 г/дм³ у соляній кислоті.

Натрію гідроксид — згідно з чинним нормативним документом.

Водню пероксид — згідно з чинним нормативним документом.

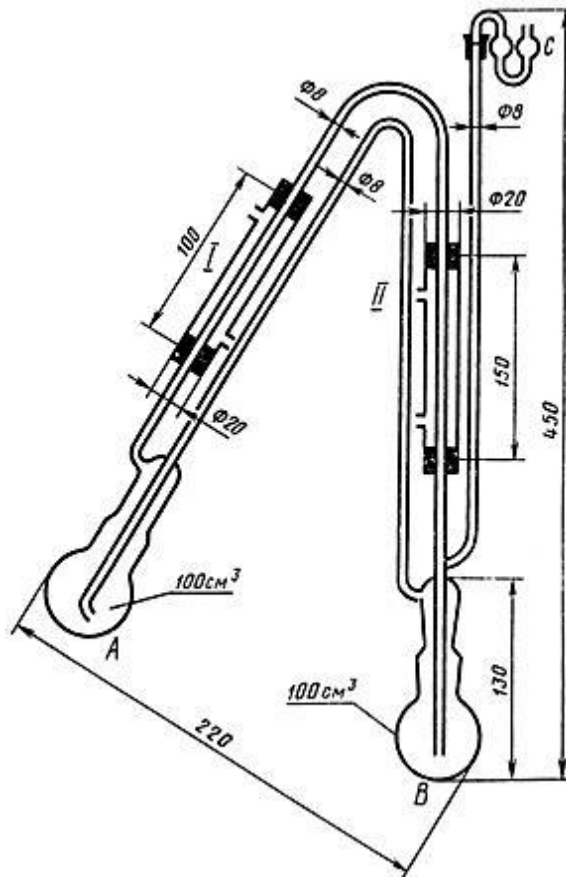


Рисунок 1 Дистиляційний апарат.

Калій-натрій вуглекислий безводний — згідно з чинним нормативним документом.

Залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з чинним нормативним документом.

Метиловий спирт — згідно з чинним нормативним документом.

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221.

Хіналізарин, розчин готують так: до 0,012 г хіналізаріна додають 114 см³ води та сірчану кислоту до 2 дм³, розчин обережно перемішують.

Кислота борна — згідно з чинним нормативним документом.

Стандартні розчини бору.

Розчин А: 0,5720 г борної кислоти розчиняють у (100—200) см³ води в мірній колбі місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,000 1 г бору.

Розчин Б: 50 см³ розчину А переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину Б містить 0,000 005 г бору.

Кульки зі скла чи кварцу, що не містять бору.

Вода бідистильована — згідно з чинним нормативним документом.

4.3 Аналізування

4.3.1 Наважку аналізованої проби, залежно від масової частки бору, наведеної в таблиці 1, вміщують у колбу А дистиляційного апарату, додають (15—20) см³ розчину сірчаної кислоти, розведеної 1:3, чи (10—15) см³ ортофосфорної кислоти. Колбу з'єднують з притертим шліфом приладу, включають холодильник / і повільно нагрівають колбу до повного розчинення наважки.

Таблиця 1

Масова частка бору, %					Маса наважки, г
Від	0,0005	до	0,005	включ.	1,0
Понад	0,005	»	0,01	»	0,5
»	0,01	»	0,02	»	0,2
»	0,02	»	0,04	»	0,1
»	0,04	»	0,10	»	0,1

Після розчинення наважки колбу знімають і розчин окислюють, додаючи краплями (3—4) см³ розчину пероксиду водню.

Колбу А знову з'єднують з приладом для дистиляції та кип'ятять розчин протягом (10—15) хв і охолоджують.

Якщо в аналізованій пробі масова частка бору становить (від 0,0005 до 0,04)% для подальшого аналізування використовують увесь розчин. Якщо масова частка становить понад 0,04%, розчин із колби А переносять

у мірну колбу місткістю 50 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Аліквотну частину отриманого розчину 20 см³, переносять у колбу А дистиляційного апарату, додають 15 см³ ортофосфорної кислоти, кілька кварцових або скляних кульок і з'єднують колбу за допомогою притертого шліфу з апаратом. Припиняють подачу води в холодильник I і включають холодильник II. В якості приймача до холодильника II використовують мірний циліндр. Вміст колби А нагрівають доти не перегониться вся вода (до постійного об'єму розчину в мірному циліндрі).

Після закінчення дистиляції води з колби А припиняють нагрівання та включають холодильник I; холодильник II залишають включеним. Перегнану воду переливають із мірного циліндра в кварцову склянку та зберігають.

У колбу В вміщують 50 см³ метилового спирту (допустимо застосовувати етиловий спирт), (7—8) см³ розчину гідроксиду натрію, додають кілька скляних або кварцових кульок і через затвор С додають 3 см³ розчину гідроксиду натрію. Колбу В з'єднують з притертим шліфом приладу та повільно нагрівають доти половина розчину не буде перегнана в колбу А. Відключають холодильник I та повільно нагрівають обидві колби протягом 50 хв. Увесь бор повинен знаходитися в колбі В. Нагрівання колби В припиняють, і переганяють метиловий спирт із колби А в колбу В. Потім припиняють нагрівання колби А, включають холодильник I, і у колбу В через затвор С додають 0,5 г вуглекислого калію—натрію та розчин гідроксиду натрію.

Колбу В з'єднують з притертим шліфом приладу та, повільно нагріваючи, переганяють увесь метиловий спирт у колбу А.

Залишок із колби В переносять деіонізованою водою в кварцову склянку.

До залишку у колбі А додають 250 см³ води, перемішують та фільтрують розчин через щільний фільтр з невеликою кількістю паперової маси. Фільтр промивають (2—3) рази водою.

Фільтр переносять у платиновий тигель, обережно висушують, озолують, прожарюють за температури (600-700)°С та сплавляють з 0,5 г безводного вуглекислого калію-натрію за температури (950-1000)°С протягом (15-20) хв. Після охолодження плав вилуговують у 20 см³ ортофосфорної кислоти. Розчин переносять у колбу А приладу та повторюють процес дистиляції. Отриманий дистилят приєднують до розчину в кварцовій склянці та випарюють насухо. Сухий залишок розчиняють у 5 см³ води та 1,5 см³ сірчаної кислоти, додаючи її краплями. Розчин переносять у мірну колбу чи градуйований циліндр місткістю 10 см³, охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують.

Отриманий розчин фільтрують через сухий фільтр у суху склянку. Аліквотну частину розчину 4 см³ вміщують у колбу місткістю 50 см³, додають 0,2 см³ розчину хлориду олова, 40 см³ розчину хіналізарину та перемішують. Розчин охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють через 30 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 620 нм чи на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 620 нм до 680 нм. Як розчин порівняння використовують розчин контрольного досліджу.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком.

4.3.2 Побудова градувального графіка

У сім кварцових склянок або колб місткістю (250—300) см³ вміщують по 1 г карбонільного заліза. В шість із них послідовно додають 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 і 10,0 см³ стандартного розчину бору Б. У сьомій склянці проводять контрольний дослід на вміст бору в реактивах.

Кожну колбу з'єднують з притертим шліфом дистиляційного приладу та далі аналізують, як зазначено в 4.3.1, крім оброблення нерозчинного залишку.

За отриманими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси бору будують градувальний графік у координатах оптична густина—маса бору, в грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина - масова частка бору, у відсотках.

4.4 Опрацювання результатів

Масову частку бору X_1 , у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

Де m_1 — маса бору в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком, г;

m — маса наважки проби або частини наважки проби, яка відповідає аліквотній частині розчину, г

5 ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ БОРУ ВІД 0,0005% ДО 0,10%

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на перетворенні борної кислоти в тетрафторборну, з подальшим утворенням забарвленої в блакитний колір комплексної сполуки тетрафтороборат-іонів з реагентом метиленовим блакитним та екстрагуванні її 1,2-дихлоретаном і вимірюванні світлопоглинання отриманого екстракту за довжини хвилі 657 нм.

5.2 Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр, фотоелектроколориметр — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота соляна — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота азотна — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота сірчана — згідно з чинним нормативним документом і розчини молярною концентрацією еквівалента 2,5 моль/дм³ і 5,0 моль/дм³.

Кислота фтористоводнева — згідно з чинним нормативним документом і розчин масовою концентрацією 50 г/дм³, готують так: до 20 см³ фтористоводневої кислоти доливають 150 см³ води та перемішують. Зберігають у посудині з поліетилену чи фторопласту.

Кислота ортофосфорна — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1.

Суміш соляної й азотної кислот: до 150 см³ соляної кислоти доливають 50 см³ азотної кислоти та перемішують. Готують перед використанням.

Суміш сірчаної й ортофосфорної кислот: до 180 см³ ортофосфорної кислоти доливають 20 см³ сірчаної кислоти та перемішують.

Водню пероксид — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1.

Калій вуглекислий — натрій вуглекислий — згідно з чинним нормативним документом.

Калій фтористий — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 150 г/дм³, готують так: 150 г фтористого калію розчиняють у воді та розводять водою до 1 дм³.

Зберігають у посудині з поліетилену чи фторопласту.

Метиленовий блакитний, розчин готують так: 3,739 г метиленового блакитного розчиняють у воді та розводять до 1 дм³. 100 см³ отриманого розчину розводять водою до 1 дм³.

1,2-дихлоретан — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота борна — згідно з чинним нормативним документом.

Стандартні розчини бору.

Розчин А: 0,5720 г борної кислоти розчиняють у (200—300) см³ води в мірній колбі місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,000 1 г бору.

Розчин Б: 50 см³ розчину А переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину Б містить 0,000 005 г бору.

Залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з чинним нормативним документом і розчин в ортофосфорній кислоті: 25 г карбонільного заліза вміщують у кварцову конічну колбу місткістю 500 см³, доливають 300 см³ ортофосфорної кислоти, розведеної 1:1, й розчиняють, помірна нагріваючи. Розчин охолоджують, додають краплями пероксид водню до повного окислення заліза (близько 60 см³), нагрівають розчин до кипіння й кип'ятять до повного розкладання пероксиду водню.

Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 500 см³, доливають водою до позначки та перемішують. (Для уникнення випадання солей, треба додавати воду невеликими порціями, безперервно перемішуючи розчин після кожного додавання).

5.3 Аналізування

5.3.1 *Визначення масової частки бору в сталі та чавуні, розчинних у сірчаній кислоті*

5.3.1.1 Наважку аналізованої проби масою 0,25 г вміщують у кварцову колбу, доливають 15 см³ розчину сірчаної кислоти молярною концентрацією еквівалента 2,5 моль/дм³, закривають кварцовою пришліфованою насадкою зі зворотним повітряним холодильником (кварцова трубка довжиною близько 35 см³, з внутрішнім діаметром близько 4 мм) і нагрівають за температури 150°C до розчинення проби. Потім розчин окислюють, додаючи краплями через холодильник (0,5—1,0) см³ розчину пероксиду водню, стінки холодильника обмивають невеликими порціями води та продовжують нагрівання протягом 5 хв.

Після охолодження знімають насадку, холодильник обмивають невеликими порціями води та фільтрують розчин через щільний фільтр, який містить невелику кількість фільтропаперової маси в поліетиленову посудину місткістю 250 см³, з позначками об'ємів 50 см³ і 100 см³. Для фільтрування застосовують кварцову чи пластмасову лійку. Фільтр з осадом промивають кілька разів водою, приєднуючи промивну рідину до фільтрату.

Фільтр із осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолують і прожарюють за температури (600—700) °С. Залишок у тиглі сплавляють із 0,5 г калію—натрію вуглекислого за температури (700—800)

°С протягом(15—20) хв. Плав охолоджують і розчиняють у воді. Отриманий розчин після охолодження приєднують до основного фільтрату.

5.3.1.2 Якщо масова частка бору в аналізованій пробі становить від 0,0005% до 0,005%, отриманий в 5.3.1.1 розчин розводять водою до 50 см³, додають 10 см³ розчину фтористого калію чи 10 см³ розчину фтористоводневої кислоти, перемішують і залишають на 2 год. Допустимо залишати розчин на більш тривалий час, але не більше ніж на добу.

Потім додають 10 см³ розчину метиленового блакитного та доливають водою до 100 см³. До розчину додають 25 см³ дихлоретану, посудину закривають поліетиленовою кришкою й струшують протягом 60 с.

Отриману суміш переносять у ділильну воронку місткістю (150-200) см³ й після поділу шарів органічну фазу зливають у другу ділильну воронку та промивають струшуванням із 10 см³ води протягом 30 с. Після поділу шарів органічну фазу зливають через сухий фільтр або вату у суху поліетиленову склянку.

Аліквотну частину отриманого фільтрату 5 см³ вміщують у мірну колбу місткістю 25 см³, доливають дихлоретаном до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють на спектрофотометрі за довжини хвилі 657 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 620 нм до 680 нм. Як розчин порівняння використовують дихлоретан.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Від значення оптичної густини кожного аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного досліді.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком.

5.3.1.3 Якщо масова частка бору в аналізованій пробі становить понад 0,005%, отриманий згідно з 5.3.1.1, розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Залежно від масової частки бору в поліетиленову посудину місткістю (150—200) см³ вміщують аліквотну частину аналізованого розчину, додають розчин сірчаної кислоти молярною концентрацією еквівалента 5,0

моль/дм³. у кількостях, наведених у таблиці 3, та доливають водою до об'єму 50 см³. Далі аналізування виконують, як зазначено 5.3.1.2.

Таблиця 3

Масова частка бору, %	Аліквотна частина розчину, см ³	Об'єм розчину сірчаної кислоти, см ³
Понад 0,005 до 0,025 включ.	20	12,0
» 0,025 » 0,05 »	10	13,5
» 0,05 » 0,10 »	5	14,0

5.3.1.4 Побудова градувального графіка

У сім кварцових склянок вміщують по 0,25 г карбонільного заліза, доливають по 15 см³ розчину сірчаної кислоти молярною концентрацією еквівалента 2,5 моль/дм³ та нагрівають на водяній бані до розчинення наважок, додають 0,5 см³ розчину пероксиду водню та продовжують нагрівання протягом 5 хв. Охолоджені розчини переносять у поліетиленові посудини місткістю 250 см³, з позначками об'єму 50 см³ та 100 см³, і додають по 0,5 г безводного вуглекислого калію-натрію. В шість посудин послідовно додають 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см³ стандартного розчину бору Б. Об'єми розчинів доводять водою до 50 см³, додають по 10 см³ розчину фтористого калію чи 10 см³ розчину фтористоводневої кислоти та далі аналізування виконують, як зазначено 5.3.1.2.

Сьома посудина слугує для проведення контрольного досліду.

5.3.2. Визначення масової частки бору в сталі та чавуні, нерозчинних у сірчаній кислоті.

Наважку проби залежно від масової частки бору в сталі або чавуні, наведеної в таблицю 4, вміщують у кварцову склянку місткістю 200 см³, доливають 30 см³ суміші соляної та азотної кислот, склянку накривають фторопластовою кришкою та розчиняють наважку, помірно нагріваючи.

Таблиця 4

Масова частка бору, %	Маса наважки, г
Від 0,0010 до 0,0030 включ.	0,50
Понад 0,0030 » 0,0060 »	0,25
» 0,0060 » 0,015 »	0,10

Потім додають 10 см³ суміші сірчаної й ортофосфорної кислот і нагрівають розчин до появи парів сірчаної кислоти. Розчин охолоджують,

обмивають кришку та стінки склянки водою й знову випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Вміст склянки охолоджують, обережно доливають 40 см³ води, перемішують і нагрівають до розчинення солей. Охолоджений розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують. (Для уникнення випадання солей воду треба додавати невеликими порціями, ретельно перемішуючи розчин після кожного додавання).

Аліквотну частину розчину 20 см³ вміщують у поліетиленовий посуд місткістю 250 см³, додають 5 см³ розчину фтористоводневої кислоти, перемішують і залишають на 30 хв. Допустимо залишати розчин на більш тривалий час, але не більше ніж на добу.

Потім до розчину додають 10 см³ розчину карбонільного заліза, 20 см³ води, 5 см³ розчину метиленового блакитного, 25 см³ дихлоретану, перемішуючи розчин після додавання кожного реактиву. Посуд закривають поліетиленовою кришкою та струшують протягом 60 с.

Отриману суміш переносять у ділильну воронку місткістю (150—200) см³ й після поділу шарів органічну фазу зливають у суху склянку місткістю 50 см³, фільтруючи її через сухий фільтр або вату.

Оптичну густину розчину вимірюють на спектрофотометрі за довжини хвилі 657 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 620 нм до 680 нм.

Як розчин порівняння використовують дихлоретан.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Від значення оптичної густини кожного аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного досліджу.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком.

5.3.2.1 Побудова градувального графіка

У сім кварцових склянок місткістю 200 см³ вміщують наважки карбонільного заліза залежно від маси проби, наведеної в таблицю 4. В шість із них послідовно додають 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного розчину бору Б. Сьому склянку використовують для проведення контрольного досліджу.

У кожен склянку додають по 30 см³ суміші соляної та азотної кислот, склянки накривають фторопластовими кришками та розчиняють наважки, помірно нагріваючи. Далі аналізування виконують, як зазначено в 5.3.2.

Від значення оптичної густини кожного аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного дослідження.

За отриманими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси бору будують градувальний графік. Допустимо будувати градувальний графік у координатах — оптична густина — масова частка бору, у відсотках.

5.4 Опрацювання результатів

Масову частку бору X_2 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

де m_1 — маса бору в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком, г;

m — маса наважки проби, яка відповідає аліквотній частині розчину, г.

6 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ БОРУ ВІД 0,002% ДО 0,03% В СТАЛЯХ ТА ЧАВУНАХ ІЗ МАСОВОЮ ЧАСТКОЮ ВАНАДІЮ ДО 1,0 %

6.1. Суть методу

Метод заснований на утворенні забарвленої комплексної сполуки бору з Аш-резорціоном і тіоніном у кислому середовищі за рН (5,0—5,2). Бор попередньо відокремлюють гідроксидом натрію в сильно лужному середовищі за рН (12—13), та подальшому вимірюванні світлопоглинання отриманого комплексу за довжини хвилі (500—520) нм.

Вольфрам і молібден не заважають визначенню, вплив алюмінію усувають додаванням трилону Б.

6.2 Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр, фотоелектроколориметр — згідно з чинним нормативним документом.

pH-метр — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота сірчана — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1.

Кислота соляна — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:10 та розчини молярною концентрацією еквівалента 1,0 моль/дм³ і 6,0 моль/дм³.

Кислота азотна — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота ортофосфорна — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота оцтова — згідно з чинним нормативним документом, розчин молярною концентрацією еквівалента 0,5 моль/дм³.

Натрію гідроксид — згідно з чинним нормативним документом, розчини молярною концентрацією еквівалента 1,0 моль/дм³ та 5,0 моль/дм³.

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221.

Сіль динатрієва етилендіамін-N,N,N',N'-тетраоцтової кислоти 2-водна (трилон Б) — згідно з чинним нормативним документом, розчин молярною концентрацією еквівалента 0,05 моль/дм³, готують так: 1,86 г трилону Б розчиняють у 100 см³ води.

Аміак водний — згідно з чинним нормативним документом, розчин молярною концентрацією еквівалента 0,5 моль/дм³.

Натрій вуглекислий — згідно з чинним нормативним документом.

Залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з чинним нормативним документом.

Аш-резорцин, динатрієва сіль, розчин молярною концентрацією еквівалента 0,001 моль/дм³, готують так: 0,0494 г Аш-резорцина розчиняють у 100 см³ води.

Тіонін 2-водний, барвник для мікроскопії, спиртовий, розчин молярною концентрацією еквівалента 0,001 моль/дм³, готують так: 0,029 г тіоніном розчиняють у 100 см³ етилового спирту.

Буферний розчин із рН (5,0—5,2): Готують змішуванням розчинів оцтової кислоти й аміаку з молярними концентраціями еквівалентів 0,5 моль/дм³ кожний у співвідношенні 1:1 та встановлюють рН (5,0—5,2) за

допомогою рН-метра, додаючи невеликими порціями, безперервно перемішуючи, розчин оцтової кислоти чи аміаку.

Кислота борна — згідно з чинним нормативним документом.

Стандартні розчини бору.

Розчин А: 5,7154 г борної кислоти розчиняють у 300 см³ води в мірній колбі місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,001 г бору.

Розчин Б: 10 см³ розчину А переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину Б містить 0,000 01 г бору.

Розчин Б готують перед використанням.

Вода бідистильована — згідно з чинним нормативним документом,

6.3 Аналізування

6.3.1 Наважку проби залежно від масової частки бору в сталі або чавуну згідно з таблицею 5 вміщують у кварцову склянку місткістю 100 см³, додають 20 см³ суміші води, соляної й азотної кислот у співвідношенні 1:1:1, та 2 см³ ортофосфорної кислоти, склянку накривають фторопластовою кришкою та розчиняють наважку, помірно нагріваючи.

Якщо проба не розчиняється у вищезазначеній суміші, пробу розчиняють у суміші соляної й азотної кислот у співвідношенні 3:1 чи 8:1 з додаванням 2 см³ ортофосфорної кислоти.

Таблиця 5

Масова частка бору, %				Маса наважки, г	Аліквотна частина, см ³	
Від	0,002	до	0,005	включ.	0,5	25
Понад	0,005	»	0,01	»	0,5	20
»	0,01	»	0,02	»	0,25	20
»	0,02	»	0,03	»	0,25	10

Після розчинення проби в склянку додають 8 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:1, й випарюють до виділення слабких парів сірчаної кислоти. Солі розчиняють у 5 см³ соляної кислоти, доливають (30—40) см³ води та кип'ятять до повного розчинення солей.

Нерозчинний залишок відфільтровують на фільтр «синя стрічка» у кварцову склянку місткістю 200 см³. Склянку та осад на фільтрі промивають (5—6) разів гарячою водою. Фільтр вміщують у платиновий

тигель, висушують, озолують і прожарюють за температури (600—700) °С. Залишок у тиглі сплавляють з 1 г вуглекислого натрію за температури (950—1000)°С протягом (15—20) хв. Плав вилуговують у (20—30) см³ соляної кислоти, розведеної 1:10, та приєднують до основного фільтрату.

Об'єднаний фільтрат упарюють до (40—60) см³, охолоджують та обережно, невеликими порціями, ретельно перемішуючи, додають 60 см³ розчину гідроксиду натрію молярною концентрацією еквівалента 5 моль/дм³. Склянку з осадом ставлять на водяну баню та витримують протягом 30 хв. Охолоджений розчин переносять у мірну колбу місткістю 200 см³, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин фільтрують на сухий фільтр «біла стрічка» в суху кварцову колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

Аліквотну частину розчину, згідно з таблицею 5, вміщують у склянку місткістю 50 см³, додають 0,5 см³ розчину трилону Б чи 2,5 см³, якщо маса алюмінію в аліквотній частині розчину становить понад 0,25 мг, і доливають водою до 20 см³, за необхідністю й установлюють рН 5,0, (контроль за рН-метром), додаючи краплями, безперервно перемішуючи, спочатку соляну кислоту молярною концентрацією еквівалента 6 моль/дм³, а потім розчини гідроксиду натрію чи соляної кислоти з молярною концентрацією еквівалента 1 моль/дм³ кожний. Потім до розчину, безперервно перемішуючи, додають 5 см³ розчину Аш-резорцину, 1 см³ розчину тіоніну, розчин переносять у мірну колбу місткістю 50 см³, ополіскують склянку буферним розчином і доливають ним до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють через (18—24) год на спектрофотометрі за довжини хвилі 510 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 500 нм до 520 нм.

Якщо масова частка бору в аналізованій пробі становить понад 0,0005%, вимірювання виконують через 2 год.

Розчином порівняння слугує контрольний дослід.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів..

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком.

6.3.1.1 Побудова градувального графіка

У сім кварцових склянок місткістю 100 см³ вміщують наважки карбонільного заліза відповідні до маси наважки аналізованої проби, наведеної в таблиці 5. У шість з них послідовно додають 1,0; 4,0; 7,0; 10,0; 12,0; 15,0 см³ стандартного розчину бору Б. Сьома склянка слугує для проведення контрольного досліду.

У кожну склянку доливають 20 см³ суміші води, соляної й азотної кислот у співвідношенні 1:1:1, 2 см³ ортофосфорної кислоти, склянки накривають фторопластовими кришками та розчиняють, помірно нагріваючи.

Далі аналізування виконують, як зазначено в 6.3.1.

За отриманими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси бору будують градувальний графік. Допустимо будувати градувальний графік у координатах — оптична густина — масова частка бору, у відсотках.

6.4 Опрацювання результатів

Масову частку бору X_3 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

де m_1 — маса бору в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком, г;

m — маса наважки проби, яка відповідає аліквотній частині розчину, г.

7 ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ БОРУ ВІД 0,05 % ДО 2,0 %

7.1 Суть методу

Метод ґрунтується на відділенні бору від заліза, нікелю, хрому, молібдену та інших елементів гідроксидом натрію й хлористим барієм з подальшим визначенням бору в фільтраті методом потенціометричного титрування. Перед титруванням рівень рН розчину встановлюють рівним 6,9, додають маніт або інвертний цукор і титрують комплексну сполуку

кислоти бору, що утворилася, розчином гідроксиду натрію до початкового значення рН, рівного 6,9.

7.2. Апаратура, реактиви та розчини

Установка для потенціометричного титрування, що складається з:

- **пари електродів**: індикаторного скляного та електрода порівняння: каломельного чи хлорсрібного;
- **магнітної або механічної мішалки**;
- **потенціометр (рН-метр)** — згідно з чинним нормативним документом.

Посуд з кварцу чи скла, що не містить бор— згідно з чинним нормативним документом.

Кислота соляна — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1 та 1:10.

Водню пероксид — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 30 г/дм³. Готують перед застосуванням.

Барію гідроксид — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

Натрію гідроксид — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 4 г/дм³ та 100 г/дм³, і розчини молярною концентрацією еквівалента 0,02 моль/дм³, 0,1 моль/дм³ та 5,0 моль/дм³.

Розчин гідроксиду натрію молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/дм³ готують так: до 5 дм³ розчину гідроксиду натрію масовою концентрацією 4 г/дм³, додають (10—15) см³ розчину гідроксиду барію, перемішують і дають відстоятися осаду протягом доби.

Розчин гідроксиду натрію молярною концентрацією еквівалента 0,02 моль/дм³ готують так: розчин гідроксиду натрію молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/дм³ розводять водою, кип'яченою протягом 1 год, у співвідношенні 1:4 та перемішують.

Масову концентрацію розчину гідроксиду натрію встановлюють так: у склянку місткістю 400 см³ вміщують (5—10) см³ стандартного розчину бору, доливають 250 см³ води, вміщують електроди, що з'єднані з рН-метром, вмикають магнітну мішалку та перемішують розчин протягом (0,5—1) хв, не вимикаючи мішалку, додають розчин гідроксиду натрію

молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/дм³ приблизно до рН—6,9, Потім встановлюють точне значення рН—6,9, додаючи з бюретки краплями розчин гідроксиду натрію молярною концентрацією еквівалента 0,02 моль/дм³. До розчину, додають 30 см³ розчину маніту чи інвертного цукру (у цьому разі рН розчину знижується) та титрують утворену комплексну сполуку бору розчином гідроксиду натрію молярною концентрацією еквівалента 0,02 моль/дм³ до початкового значення рН—6,9.

Спочатку розчин гідроксиду натрію додають швидко, а поблизу точки еквівалентності — краплями, записуючи об'єм розчину в бюретці та показання рН-метра.

Масову концентрацію розчину гідроксиду натрію T , виражену у грамах бора на 1 см³ розчину, обчислюють за формулою:

$$T = \frac{0,0004 \cdot V}{V_1 - V_2}, \quad (4)$$

де 0,0004 - концентрація бору в стандартному розчині, г/см³;

V —об'єм стандартного розчину бору, взятий для титрування, см³;

V_1 —об'єм розчину гідроксиду натрію з молярною концентрацією еквівалента 0,02 моль/дм³, витрачений на титрування, см³;

V_2 —об'єм розчину гідроксиду натрію з молярною концентрацією еквівалента 0,02 моль/дм³, витрачений на титрування контрольного дослід, см³.

D (-) Маніт — згідно з чинним нормативним документом, насичений розчин.

Сахароза — згідно з чинним нормативним документом.

Розчин інвертного цукру: 1 кг сахарози розчиняють у 650 см³ води, додають 10 см³ соляної кислоти, розведеної 1:10, та нагрівають протягом (2—3) год за температури (80—90)°С. Розчин охолоджують і доливають розчин гідроксиду натрію масовою концентрацією 100 г/дм³.

Об'єм розчину гідроксиду натрію, необхідний для нейтралізації соляної кислоти, визначають попереднім титруванням так: 10 см³ соляної кислоти, розведеної 1:10, титрують розчином гідроксиду натрію масовою концентрацією 100 г/дм³ в присутності індикатора фенолфталеїну.

Калій-натрій вуглекислий безводний — згідно з чинним нормативним документом.

Сіль динатрієва етилендіамін-N,N,N',N'-тетраоцтової кислоти 2-водна (трилон Б) — згідно з чинним нормативним документом, розчин з молярною концентрацією еквіваленту 0,01 моль/дм³.

Барій хлористий — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 250 г/дм³.

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221.

Метилловий оранжевий — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 1 г/дм³.

Фенолфталеїн — згідно з чинним нормативним документом, розчин в етиловому спирті масовою концентрацією 20 г/дм³.

Кислота борна — згідно з чинним нормативним документом.

Стандартний розчин бору: 2,288 г борної кислоти розчиняють у воді в мірній колбі місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину містить 0,000 4 г бору.

7.3 Аналізування

Наважку аналізованої проби залежно від масової частки бору, наведеної в таблиці 6, вміщують у конічну колбу місткістю 250 см³ та доливають 40 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1.

Таблиця 6

Масова частка бору, %				Маса наважки, г
Від 0,05	до 0,25	включ.		2
Понад 0,25	» 1,0	»		1
» 1,0	» 2,0	»		0,5

Колбу закривають гумовою пробкою зі вставленим зворотним водяним холодильником і нагрівають до розчинення наважки, потім додають (10—20) см³ розчину пероксиду водню й кип'ятять протягом 10 хв. Допустимо розчиняти наважку за температури 100°C без холодильника в колбі, накритій годинниковим склом.

У разі неповного розчинення проби розчин фільтрують на фільтр «синя стрічка» з невеликою кількістю паперової маси. Фільтр з осадом промивають розчином соляної кислоти, розведеної 1:10, та гарячою водою, приєднуючи промивні води до фільтрату (основний фільтрат).

Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолюють і прожарюють за температури (600—700) °С, залишок сплавляють з 0,5 г безводного вуглекислого калію-натрію за температури (900—950)°С протягом (15—20) хв. Після охолодження плав розчиняють у (20—30) см³ соляної кислоти, розведеної 1:1. Розчин приєднують до основного фільтрату.

Отриманий розчин переносять у мірну колбу місткістю 500 см³, розводять водою до (200—300) см³ та, безперервно перемішуючи, повільно, невеликими порціями додають розчин гідроксиду натрію молярною концентрацією еквіваленту 5 моль/дм³ до початку випадання гідроксидів заліза, які розчиняють, додаючи краплями соляну кислоту, розведену 1:1. Потім до розчину додають (30—35) см³ хлористого барію, розчин перемішують та додають (10—15) см³ розчину гідроксиду натрію молярною концентрацією еквіваленту 5 моль/дм³. Розчин охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують. Частина розчину відфільтровують через сухий фільтр у суху мірну колбу місткістю 250 см³.

У склянку місткістю 400 см³ переносять 250 см³ фільтрату, обережно додають соляну кислоту, розведену 1:1, до зміни кольору індикатора метилового оранжевого й 5 см³ розчину трилону Б. Розчин нагрівають, кип'ятять протягом (3—5) хв та охолоджують.

У склянку з аналізованим розчином занурюють вибрану пару електродів, що з'єднані з рН-метром, вмикають магнітну мішалку та перемішують розчин протягом (0,5—1) хв, не вимикаючи мішалку, додають розчин гідроксиду натрію молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/дм³ приблизно до рівня рН—6,9, а потім встановлюють точне значення рівня рН—6,9, додаючи з бюретки розчин гідроксиду натрію молярною концентрацією еквівалента 0,02 моль/дм³. До розчину, додають 30 см³ розчину маніту чи інвертного цукру (у цьому разі рН розчину знижується) та титрують утворену комплексну сполуку бору розчином гідроксиду натрію молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/дм³ до початкового значення рН—6,9.

Спочатку розчин гідроксиду натрію додають швидко, а поблизу точки еквівалентності—краплями, записуючи об'єм розчину в бюретці та показання приладу після додавання кожної краплі. Об'єм розчину

гідроксиду натрію, що відповідає максимальній зміні показання приладу, вважають об'ємом, витраченим на титрування.

Після титрування електроди обмивають водою й залишають зануреними у стакан з водою.

7.4 Опрацювання результатів

Масову частку бору (X_4), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot T}{m} \cdot 100,$$

де V —об'єм розчину гідроксиду натрію, витрачений на титрування, см³;

V_1 —об'єм розчину гідроксиду натрію, витрачений на титрування контрольного дослідження, см³;

T —масова концентрація розчину гідроксиду натрію, г/см³;

m —маса наважки проби, що відповідає аліквотній частині розчину, г

8 НОРМИ ТОЧНОСТІ

8.1 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки бору наведено в таблиці 7.

Таблиця 7

У відсотках

Масова частка бору					Границя допустимої похибки результату аналізування, Δ	Допустима розбіжність			
						двох середніх результатів аналізування, отриманих у різних умовах, D_2	двох паралельних визначень, d_2	трьох паралельних визначень, d_3	результатів аналізування стандартного зразка від атестованого значення, δ
Від	0,000 5	до	0,001 0	включ	0,000 4	0,000 5	0,000 4	0,000 5	0,000 3
Понад	0,001	»	0,002	»	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
»	0,002	»	0,005	»	0,002	0,002	0,002	0,002	0,001
»	0,005	»	0,010	»	0,002	0,003	0,002	0,003	0,001
»	0,01	»	0,02	»	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
»	0,02	»	0,05	»	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
»	0,05	»	0,10	»	0,008	0,011	0,009	0,011	0,005

»	0,1	»	0,2	»	0,013	0,016	0,013	0,016	0,008
»	0,2	»	0,5	»	0,020	0,025	0,021	0,026	0,013
»	0,5	»	1,0	»	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
»	1,0	»	2,0	»	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03

9 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

До роботи з обладнанням допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювань, інструкції щодо експлуатації устаткування та правила експлуатації електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і допущені до роботи в установленому на підприємстві (в організації) порядку.

10 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

10.1 Під час аналізування слід дотримуватися вимог щодо безпеки, виробничої санітарії та охорони довкілля, викладених в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях з урахуванням специфіки аналізування, і розроблених згідно з ДСТУ 7237 та іншими чинними нормативними документами.

10.2 Треба особливо обережно працювати з органічними розчинами. Необхідно пам'ятати, що пари органічних розчинників токсичні та вибухонебезпечні.

