

**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И  
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ**

Методы определения бора

**ГОСТ  
11739.2—90**Aluminium casting and wrought alloys  
Methods for determination of boron

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07 91  
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения бора с 1,1'—диантримидом (при массовой доле бора от 0,001 до 0,5% и от 0,0001 до 0,001%)

**1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением

1.1.1 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений

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

Метод основан на растворении пробы в растворе гидроокиси натрия, образовании голубого комплекса бора с 1,1'—диантримидом в концентрированной серной кислоте при температуре  $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$  и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 630 нм

**2.2 Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотозлектроколориметр

Шкаф сушильный с терморегулятором

Аппарат кварцевый для перегонки воды

Пробирки кварцевые с притертыми пробками

Вода, дважды перегнанная в кварцевом аппарате (тридистиллят для приготовления растворов и проведения анализа), хранят в полиэтиленовой посуде

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>. Раствор готовят и сохраняют в полиэтиленовой посуде.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, свободная от следов азотной кислоты (проба кислоты в присутствии дифениламина не окрашивается в синий цвет) и раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Дифениламин по ГОСТ 5825.

1,1' — диантримид по ТУ 6—09—1508, раствор: 0,10 г 1,1' — диантримида растворяют в 200 см<sup>3</sup> серной кислоты в сухой склянке с притертой пробкой. Склянку предварительно сушат в сушильном шкафу при температуре 100—110 °С с последующим охлаждением.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Стандартные растворы бора.

Раствор А: 0,5715 г борной кислоты (х. ч. или ос. ч.) растворяют при нагревании в 500 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают тем же раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

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

Растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

### 2.3. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа приблизительно 1 г стружки пробы промывают два раза этиловым спиртом порциями по 25 см<sup>3</sup> и высушивают в сушильном шкафу при температуре (105+5) °С в течение 15—20 мин.

### 2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 помещают в кварцевую коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> или стакан из фторопласта вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают раствор гидроксида натрия согласно табл. 1, 10 см<sup>3</sup> тридистиллята и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 1

Массовая доля бора, %	Масса навески пробы, г	Объем раствора гидроксида натрия, см <sup>3</sup>	Объем серной кислоты для нейтрализации, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
От 0,001 до 0,01 включ.	0,5	20	40	4
Св. 0,01 > 0,1 >	0,25	10	20	2
> 0,1 > 0,5 >	0,1	10	20	2

После полного растворения пробы в колбу добавляют еще 10 см<sup>3</sup> тридистиллята и осторожно нейтрализуют раствор серной кислотой согласно табл. 1, добавляя ее маленькими порциями из пипетки по стенкам колбы.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают тридистиллятом до метки и перемешивают.

2.4.2. В сухую кварцевую пробирку с притертой пробкой вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1, приливают пипеткой 26—28 см<sup>3</sup> серной кислоты до объема 30 см<sup>3</sup> и 10 см<sup>3</sup> раствора 1,1' — диантримида. Закрывают пробирку пробкой и, перемешав раствор, помещают ее в кипящую водяную баню, где нагревают в течение 1 ч.

2.4.3. Оптическую плотность раствора пробы измеряют после охлаждения до комнатной температуры при длине волны 630 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм при массовой доле бора от 0,001 до 0,01% и 20 мм при массовой доле бора свыше 0,01%.

Раствором сравнения служит раствор серной кислоты.

2.4.4. Растворы контрольных опытов готовят по пп. 2.4.1, 2.4.2 со всеми используемыми в анализе реактивами. Среднюю оптическую плотность растворов контрольных опытов вычитают из оптической плотности раствора пробы.

Массовую долю бора вычисляют по градуировочному графику.

#### 2.4.5. Построение градуировочных графиков

2.4.5.1. При массовой доле бора от 0,001 до 0,01% в восемь кварцевых конических колб вместимостью по 250 см<sup>3</sup> помещают навески алюминия массой 0,5 г, растворяют по п. 2.4.1 и в шесть колб отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г бора.

2.4.5.2. При массовой доле бора от 0,01 до 0,1% в восемь кварцевых колб помещают навески алюминия массой 0,25 г, растворяют по п. 2.4.1 и в шесть колб отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025 г бора.

2.4.5.3. При массовой доле бора от 0,1 до 0,5% в семь кварцевых конических колб помещают навески алюминия массой 0,1 г, растворяют по п. 2.4.1 и в пять колб отмеряют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г бора.

Затем растворы переводят в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup>, доливают тридистиллятом до метки, перемешивают и продолжают по пп. 2.4.2 и 2.4.3.

Растворы, в которые не введен бор, служат растворами контрольного опыта при построении градуировочных графиков.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам бора строят градуировочные графики.

## 2.5. Обработка результатов

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

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

где  $m$  — масса бора в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески в аликвотной части раствора пробы, г.

2.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля бора, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00006	0,00007
Св. 0,0003 > 0,0006 >	0,0001	0,0002
> 0,0003 > 0,0010 >	0,0002	0,0003
> 0,0010 > 0,0030 >	0,0003	0,0004
> 0,0030 > 0,0050 >	0,0005	0,0007
> 0,005 > 0,010 >	0,002	0,003
> 0,010 > 0,030 >	0,003	0,004
> 0,030 > 0,060 >	0,004	0,005
> 0,06 > 0,20 >	0,02	0,03
> 0,20 > 0,50 >	0,05	0,06

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА С ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ ОТДЕЛЕНИЕМ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси серной, азотной, соляной кислот, разделении бора и алюминия на катионите, образовании голубого комплекса бора с 1,1' — диантримидом в концентрированной серной кислоте при температуре  $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$  и измерении оптической плотности раствора при длине волны 630 нм.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Аппарат кварцевый для перегонки воды.

Колбы кварцевые конические с кварцевыми воздушными холодильниками.

Колонки кварцевые хроматографические.

Стаканы кварцевые.

Пробирки кварцевые с притертыми пробками.

Вода, дважды перегнанная в кварцевом аппарате (тридистиллят для приготовления растворов и проведения анализа); хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

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

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

Смесь кислот: 2 части серной кислоты, 3 части соляной кислоты, 4 части азотной кислоты, 7,5 частей тридистиллята по объему.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, плотностью 0,91 г/см<sup>3</sup>

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

1,1' — диантримид по ТУ 6—09—1508, раствор готовят по п. 2.2.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Катионит КУ-2 по ГОСТ 20298.

Аммоний роданистый по ГОСТ 37067, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Бумага универсальная индикаторная по ТУ 6—09—1181.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Стандартные растворы бора

Растворы А и Б — по п. 2.2.

Раствор В: 10 см<sup>3</sup> раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором серной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup> до метки и перемешивают; готовят перед применением 1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,000001 г бора.

### 3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Перед проведением анализа приблизительно 2 г стружки пробы промывают 2 раза этиловым спиртом порциями по 30 см<sup>3</sup> и высушивают при температуре (105±5)°С в сушильном шкафу в течение 15—20 мин.

3.3.2. Катионит КУ-2 для перевода в Н-форму заливают соляной кислотой и оставляют на сутки. Затем загружают в кварцевую хроматографическую колонку высотой 30—40 см, диаметром 2 см (высота слоя 25 см) и промывают раствором соляной кислоты (1:1) до отрицательной реакции на ион трехвалентного железа (проба вытекающего из колонки раствора с роданистым аммонием).

По достижении отрицательной реакции на ион железа (проба раствора с роданистым аммонием не окрашивается в красный цвет) катионит промывают тридистиллятом до нейтральной реакции вытекающего из колонки раствора (рН 7, проба по универсальной индикаторной бумаге).

3.3.3. Для регенерации катионита КУ-2 после разделения бора, алюминия и других элементов через хроматографическую колонку пропускают 300—350 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:3) и 150—200 см<sup>3</sup> тридистиллята до нейтральной реакции вытекающего

из колонки раствора. Полноту элюирования алюминия и других элементов с катионита соляной кислотой проверяют нейтрализацией порции раствора, вытекающего из колонки, аммиаком — отсутствие помутнения раствора.

#### 3.4. Проведение анализа

3.4.1. Навеску пробы массой 1 г при массовой доле бора от 0,0001 до 0,0005% и 0,5 г при массовой доле бора от 0,0006 до 0,001% помещают в кварцевую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> с притертым воздушным холодильником и растворяют в 10—20 см<sup>3</sup> смеси кислот при комнатной температуре или при очень слабом нагревании.

3.4.2. По растворении пробы воздушный холодильник обмывают 10 см<sup>3</sup> тридистиллята и разбавляют раствор до 30—40 см<sup>3</sup>. Отфильтровывают кремниевую кислоту через фильтр средней плотности («белая лента»), вставленный в кварцевую или полиэтиленовую воронку, промывают осадок кремниевой кислоты 10—15 см<sup>3</sup> горячего тридистиллята, прибавляя его небольшими порциями. Каждую следующую порцию добавляют после того, как полностью стечет предыдущая. Профильтрованный раствор разбавляют до объема 60 см<sup>3</sup> тридистиллятом и пропускают через колонку с катионитом КУ-2 в Н-форме со скоростью 1 см<sup>3</sup>/мин.

3.4.3. Раствор из колонки собирают в кварцевый стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и 5 см<sup>3</sup> пероксида водорода. Колонку промывают 100—150 см<sup>3</sup> тридистиллята со скоростью 10 см<sup>3</sup>/мин и собирают промывные воды в тот же стакан. Раствор в стакане выпаривают до появления белых паров. Стенки стакана обмывают 5—10 см<sup>3</sup> тридистиллята из пипетки и снова выпаривают до белых паров.

3.4.4. Раствор из стакана переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, стакан обмывают небольшим количеством серной кислоты и сливают кислоту в колбу, разбавляют раствор в колбе той же кислотой до метки и переносят его в сухую кварцевую пробирку с притертой пробкой вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Колбу обмывают из пипетки 5 см<sup>3</sup> серной кислоты и сливают кислоту в основной раствор. Добавляют пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора 1,1'—диантримиды, закрывают пробирку пробкой, раствор перемешивают и нагревают в течение 1 ч в кипящей водяной бане.

3.4.5. Оптическую плотность раствора измеряют после охлаждения до комнатной температуры при длине волны 630 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм. Раствором сравнения служит раствор серной кислоты.

3.4.6. Растворы двух контрольных опытов готовят по пп. 3.4.1, 3.4.2, 3.4.3, 3.4.4 со всеми используемыми в анализе реактивами. Среднюю оптическую плотность растворов двух контрольных опытов вычитают из оптической плотности раствора пробы.

Массовую долю бора рассчитывают по градуировочному графику.

3.4.7. Для построения градуировочного графика в восемь кварцевых стаканов вместимостью по 250 см<sup>3</sup> приливают 10—15 см<sup>3</sup> смеси кислот и разбавляют до 60 см<sup>3</sup> тридистиллятом. Затем в шесть стаканов отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,00001 г бора. К полученным растворам прибавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и 5 см<sup>3</sup> пероксида водорода. Растворы выпаривают до появления белых паров, обмывают стенки стакана 5 см<sup>3</sup> тридистиллята и снова выпаривают до появления белых паров. Переносят растворы из стаканов в мерные колбы вместимостью до 25 см<sup>3</sup> и поступают далее по п. 3.4.4.

Растворы, в которые не введен бор, служат растворами контрольного опыта при построении градуировочных графиков.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам бора строят градуировочный график.

### 3.5. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $m$  — масса бора в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески пробы, г.

3.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ:

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; В. А. Мошкин, канд. техн. наук;  
Г. И. Фридман, канд. техн. наук, В. И. Клитина, канд. хим. наук,  
Л. Н. Вискне.

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1961

## 3. Периодичность проверки — 5 лет

## 4. Взамен ГОСТ 11739.2—78

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	3 2	ГОСТ 11069—74	2 2, 3 2
ГОСТ 3760—79	3 2	ГОСТ 18300—87	2 2, 3 2
ГОСТ 4204—77	2 2, 3 2	ГОСТ 20298—74	3 2
ГОСТ 4328—77	2 2	ГОСТ 25086—87	1 1
ГОСТ 4461—77	3 2	ГОСТ 27067—86	3 2
ГОСТ 5825—70	2 2	ТУ 6—09—1181—71	3 2
ГОСТ 9656—75	2 2, 3 2	ТУ 6—09—1508—72	2 2, 3 2
ГОСТ 10929—76	2 2, 3 2		