

## МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

## Метод определения окиси бора

Refractory materials and products.  
Method for the determination of  
boron oxide

ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1312 срок действия установлен

с 01.07.87

до 01.07.92

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на магнезиальные огнеупорные материалы и изделия и устанавливает фотометрический метод определения окиси бора при массовой доле от 0,01 до 0,4 %.

Метод основан на прямом измерении оптической плотности комплексного соединения бора с 1,1'-диантримидом, образующегося в среде концентрированной серной кислоты.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

### 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Чашки платиновые по ГОСТ 5663—75.

Колбы конические кварцевые по ГОСТ 19908—80.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 1100°C.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

1,1'-диантримид, раствор 1 г/дм<sup>3</sup> в концентрированной серной кислоте, свежеприготовленный.

Магний углекислый основной, водный.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

## 2.1. Приготовление стандартных растворов окиси бора

2.1.1. Борную кислоту переводят в окись бора путем обезвоживания в платиновой чашке при (400±20)°С в муфельной печи. Слойкайная поверхность расплава свидетельствует о полном удалении воды, после чего касаются дном чашки поверхности холодной воды, илав растворяется, его переносят в бюксу и хранят в эксикаторе.

Стандартный раствор окиси бора: 0,5 г окиси бора растворяют в 70—80 см<sup>3</sup> воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом или кварцевом сосуде. Стандартный раствор с массовой концентрацией бора 0,002 г/см<sup>3</sup> (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор окиси бора: 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси бора 0,0002 г/см<sup>3</sup> (раствор Б).

2.1.2. Стандартный раствор окиси бора для проведения оперативного контроля точности измерений: 0,25 г окиси бора растворяют в 70—80 см<sup>3</sup> воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки, перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси бора 0,001 г/см<sup>3</sup> (раствор В).

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,5 г (магнезит и брусит предварительно прокаливают при (1100±50)°С в течение 1 ч) помещают в коническую колбу из кварцевого стекла, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, закрывают пробкой с воздушным холодильником и нагревают на электроплитке со слабым нагревом до разложения пробы. Обмывают воздушный холодильник. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают, доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр средней плотности.

Если используемая серная кислота имеет плотность менее 1,825 г/см<sup>3</sup>, то к раствору пробы после разложения добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), перемешивают, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят во-

дой до метки, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента». Отбросив первые две порции фильтрата, отбирают аликовитную часть раствора  $2 \text{ см}^3$ , переносят в мерную колбу вместимостью  $25 \text{ см}^3$  с притертными пробками, приливают с помощью пипетки или бюретки  $5 \text{ см}^3$  раствора  $1,1'$ -диантримида, доливают до метки серной кислотой плотностью  $1,825 \text{ г/см}^3$ , перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч. После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре с красным светофильтром (область светопропускания  $620$ — $640$  нм) в кювете с толщиной слоя  $10 \text{ мм}$ . В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

Массу окиси бора в граммах находят по градуировочному графику.

### 3.2. Построение градуировочного графика

В семь конических колб из кварцевого стекла помещают навески массой по  $0,5 \text{ г}$  основного углекислого магния, предварительно прокаленного в течение 2 ч в муфельной печи при температуре  $(1000 \pm 50)^\circ\text{C}$ , приливают по  $10 \text{ см}^3$  соляной кислоты, закрывают пробкой с воздушным холодильником и нагревают до растворения навесок. Растворы охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр средней плотности.

Если используемая серная кислота имеет плотность менее  $1,825 \text{ г/см}^3$ , то к растворам проб после разложения добавляют по  $25 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты (1:1), охлаждают и переводят в мерные колбы вместимостью по  $100 \text{ см}^3$ . Добавляют в колбы соответственно  $0,5$ ;  $1,0$ ;  $2,0$ ;  $4,0$ ;  $8,0$  и  $12,0 \text{ см}^3$  градуировочного стандартного раствора окиси бора (Б), что соответствует  $0,0001$ ;  $0,0002$ ;  $0,0004$ ;  $0,0008$ ;  $0,0016$  и  $0,0024 \text{ г}$  окиси бора. В седьмую колбу не добавляют раствор окиси бора. Колбы доливают водой до метки, перемешивают. Аликовитную часть каждого раствора  $2 \text{ см}^3$  переносят в мерные колбы вместимостью  $25 \text{ см}^3$  с притертными пробками, приливают с помощью пипетки или бюретки по  $5 \text{ см}^3$  раствора  $1,1'$ -диантримида, доливают до метки серной кислотой плотностью  $1,825 \text{ г/см}^3$ , перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч.

После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов с красным светофильтром (область светопропускания  $620$ — $640$  нм) в кювете с толщиной слоя  $10 \text{ мм}$ . В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

По измеренным значениям оптической плотности и соответствующим им массам окиси бора в  $\text{г}/100 \text{ см}^3$  строят градуировочный график.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

$m_1$  — масса навески, г.

4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

Массовая доля окиси бора, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,008
Св. 0,02 > 0,04 >	0,01
≥ 0,04 > 0,10 >	0,02
≥ 0,10 > 0,20 >	0,04
≥ 0,20 > 0,40 >	0,07

Изменение № 1 ГОСТ 2642.13—86 Материалы и изделия огнеупорные. Метод определения окиси бора

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 120

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Метод определения окиси бора

Refractories and refractory raw materials. Method for the determination of boron oxides.

Вводная часть. Заменить слова: «магнезиальные огнеупорные» на «магнезиальное огнеупорное сырье».

Раздел 2. Заменить ссылку и слова: ГОСТ 5663—75 на ГОСТ 5663—79, «раствор 1 г/дм<sup>3</sup>» на «раствор с массовой долей 0,1 %».

(Продолжение см. с. 142)

---

---

## (Продолжение изменения к ГОСТ 2642.12-85)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси бора приведены в таблице.

Массовая доля окиси бора, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	▲	$d_{1\%}$	$d_2$	ε
От 0,01 до 0,02 включ.	0,008	0,010	0,008	0,005
Св. 0,02 > 0,05 >	0,010	0,012	0,010	0,006
> 0,05 > 0,1 >	0,019	0,024	0,020	0,012
> 0,1 > 0,2 >	0,04	0,06	0,04	0,02
> 0,2 > 0,4 >	0,07	0,08	0,07	0,04

(ИУС № 5 1992 г.)