

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ**Метод определения окиси бора**

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

ГОСТ
2642.13—86

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/дм³ 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 $(400 \pm 20)^\circ\text{C}$ в муфельной печи. Спокойная поверхность расплава свидетельствует о полном удалении воды, после чего касаются дном чашки поверхности холодной воды, плав растрескивается, его переносят в бюкс и хранят в эксикаторе.

Стандартный раствор окиси бора: 0,5 г окиси бора растворяют в 70—80 см³ воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом или кварцевом сосуде. Стандартный раствор с массовой концентрацией бора 0,002 г/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор окиси бора: 10 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси бора 0,0002 г/см³ (раствор Б).

2.1.2. Стандартный раствор окиси бора для проведения оперативного контроля точности измерений: 0,25 г окиси бора растворяют в 70—80 см³ воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки, перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси бора 0,001 г/см³ (раствор В).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,5 г (магнезит и брусит предварительно прокаливают при $(1100 \pm 50)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч) помещают в коническую колбу из кварцевого стекла, приливают 10 см³ 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 см³, охлаждают, доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр средней плотности.

Если используемая серная кислота имеет плотность менее 1,825 г/см³, то к раствору пробы после разложения добавляют 25 см³ раствора серной кислоты (1:1), перемешивают, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят во-

дой до метки, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента». Отбросив первые две порции фильтрата, отбирают аликвотную часть раствора 2 см^3 , переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 с притертыми пробками, приливают с помощью пипетки или бюретки 5 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 $620\text{—}640\text{ нм}$) в кювете с толщиной слоя 10 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 см^3 соляной кислоты, закрывают пробкой с воздушным холодильником и нагревают до растворения навесок. Растворы охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 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 см^3 раствора серной кислоты (1:1), охлаждают и переводят в мерные колбы вместимостью по 100 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. Аликвотную часть каждого раствора 2 см^3 переносят в мерные колбы вместимостью 25 см^3 с притертыми пробками, приливают с помощью пипетки или бюретки по 5 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 $620\text{—}640\text{ нм}$) в кювете с толщиной слоя 10 мм . В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

По измеренным значениям оптической плотности и соответствующим им массам окиси бора в г/100 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 oxide».

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/дм³» на «раствор с массовой долей 0,1 %».

(Продолжение см. с. 142)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.13—86)

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,			
	Δ	d_k	d_2	δ
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	0,05	0,04	0,02
» 0,2 » 0,4 »	0,07	0,08	0,07	0,04

(ИУС № 5 1992 г.)