

НИТРИД БОРА ГЕКСАГОНАЛЬНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ 2-036-707-77

взамен ТУ 2-036-238-74

Настоящие-технические условия распространяются на гексагональный нитрид бора (далее - нитрид бора), полученный карботермическим методом, предназначенный для синтеза сверхтвердых материалов, а также применяемый в качестве огнеупорного, высоко-температурного, тепло- и электроизоляционного материала, твердой смазки и для других целей.

Пример условного обозначения гексагонального нитрида бора:

Нитрид бора гексагональный ТУ 2-036-707-77.

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Нитрид бора должен соответствовать требованиям настоящих технических условий и технологической документации, утвержденной в установленном порядке.

### 1.1. Характеристики

1.1.1. По физико-химическим показателям нитрид бора должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

	Наименование показателя	Норма
1	Массовая доля нитрида бора (BN), %, не менее	97.4
2	Массовая доля карбида бора (B <sub>4</sub> C), %, не более	1.5
3	Массовая доля оксида бора (B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ), %, не более	0.2
4	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup> , не менее	0,33
5	Массовая доля зерен нитрида бора, прошедших через сито с сеткой номер 01 по ГОСТ 6613-86, %, не менее	90

### 1.2. Маркировка

1.2.1. Нитрид бора непосредственно не маркируется.

1.2.2. На каждой единице упаковочной тары должна быть приклеена или привязана этикетка со следующими данными:

товарный знак или наименование предприятия-изготовителя;

условное обозначение продукции;

дата выпуска;

номер партии;

масса нетто;

штамп технического контроля.

Дубликат этикетки вкладывается внутрь упаковочной тары.

1.2.3. Этикетка должна быть отпечатана на плотной прочной бумаге или тонком картоне. Вносимые данные должны быть четко выполнены способом, обеспечивающим их сохранность при транспортировании и хранении.

1.2.4. Каждая партия нитрида бора должна сопровождаться документом, удостоверяющим его соответствие требованиям настоящих технических условий, с указанием:

товарного знака или наименования предприятия-изготовителя;

условного обозначения продукции;

даты выпуска;

номера партии;

массы нетто;

штампа технического контроля.

### 1.3. Упаковка

1.3.1. Нитрид бора должен быть упакован в комбинированные мешки, состоящие из: внутренних полиэтиленового по ГОСТ 17811-78 и четырехслойного бумажного по ГОСТ 2226-88; мешка наружного тканевого по нормативно-технической документации.

1.3.2. Масса материала, упакованного в один комбинированный мешок, не должна быть более 15 кг.

Примечание. По согласованию с потребителем допускается упаковка в другую тару и в другой расфасовке.

1.3.3. Упаковка нитрида бора различных партий в одну потребительскую тару не допускается.

## 2. ПРИЕМКА

2.1. Для контроля соответствия нитрида бора требованиям настоящих технических условий проводят приемочный контроль.

2.2. Приемочному контролю на соответствие п.1.1 подвергают пробы каждой партии нитрида бора, но не менее 20 % упаковочных мест.

2.3. Партия должна состоять из нитрида бора, одновременно предъявленного по одному документу, и не должна быть более 500 кг.

2.4. Если при приемочном контроле установлено несоответствие требованиям технических условий более чем по одному из контролируемых показателей, то партию не принимают.

2.5. Если установлено несоответствие требованиям технических условий по одному из контролируемых показателей, то проводят повторный контроль на удвоенном количестве проб.

При наличии отклонений от требований технических условий в повторной выборке партию не принимают.

## 3. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

3.1. Отбор и сокращение средней пробы для контроля производят по ГОСТ 3647-80.

3.2. Масса средней проба должна быть не менее 800 г.

3.3. Массовую долю нитрида бора ( $X_{BN}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$x_{BN} = (x_{B \text{ общ.}} - x_{B \text{ раств.}} - 0,783 \cdot x_{B_4C}) \cdot 2,294$$

где  $x_{B \text{ общ.}}$  - массовая доля общего бора, %;

$x_{B \text{ раств.}}$  - массовая доля растворимого бора, %;

0,783 - коэффициент пересчета карбида бора на бор;

$x_{B_4C}$  - массовая доля карбида бора, %;

2,294 - коэффициент пересчета бора на нитрид бора.

3.4. Метод определения массовой доли общего бора - по обязательному приложению 1.

3.5. Метод определения массовой доли растворимого бора - по обязательному приложению 2.

3.6. Метод определения массовой доли карбида бора - по обязательному приложению 3.

3.7. Метод определения массовой доли оксида бора (Ш) - по обязательному приложению 4.

3.8. Метод определения насыпной плотности - по обязательному приложению 5.

3.9. Определение массовой доли зерен нитрида бора, прошедших через сито с сеткой номер 01 по ГОСТ 6613-86.

Среднюю пробу нитрида бора массой  $(10,00 \pm 0,01)$  г, отобранную по п.3.1, взвешивают на лабораторных весах по ГОСТ 24104-88 с погрешностью взвешивания  $\pm 0,005$  г, высыпают на сито с сеткой номер 01 по ГОСТ 6613-86 и протирают вручную при помощи кисти по ГОСТ 10597-87.

Массовую долю зерен нитрида бора, прошедших через сито, (А) в процентах рассчитывают по формуле

$$A = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100$$

где  $m_1$  - масса навески, взятой для анализа, г;

$m_2$  - масса навески, оставшейся на сите, г.

#### 4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Транспортирование нитрида бора должно осуществляться любым видом транспорта в крытых транспортных средствах с соблюдением утвержденных правил перевозки и технических условий погрузки и крепления грузов, действующих на соответствующих видах транспорта.

Условия транспортирования нитрида бора в упаковке, предусмотренной требованиями настоящих технических условий, должны соответствовать группе К2 по ГОСТ 15150-69.

4.2. Хранение нитрида бора в части воздействия климатических факторов должно соответствовать группе Л по ГОСТ 15150-69.

4.3. Нитрид бора должен храниться в потребительской таре в сухих закрытых помещениях.

4.4. Срок хранения нитрида бора - 5 лет с момента изготовления.

Перечень нормативно-технических документов, на которые даны ссылки в технических условиях, приведен в справочном приложении 6.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1

### Обязательное

#### МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО БОРА

Метод предназначен для определения массовой доли общего бора в нитриде бора в диапазоне от 42 до 45 %.

##### 1. НОРМЫ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Гарантируемая точность метода при доверительной вероятности  $P=0,95$  и числе параллельных измерений  $n = 2$  характеризуется величиной допускаемых расхождений  $d$ , равной 0,6 % (абс., (экспериментально установленная величина).

Предел допускаемого значения погрешности измерения при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляет 0,2 % (абс.).

Верхняя граница погрешности единичных измерений при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляет 0,3 % (абс.).

##### 2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на алкалиметрическом титровании маннитоборной кислоты после разложения образца нитрида бора сплавлением с карбонатом натрия, растворения сплава в соляной кислоте и удаления мешающих примесей.

##### 3. СРОДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, погрешностью взвешивания  $\pm 0,00015$  г по ГОСТ 24104-88.

Электропечь сопротивления лабораторная типа СНОП или другая, обеспечивающая нагрев до 1000 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919-83 с закрытой спиралью.

Тигли из платины № 100-9 с крышками по ГОСТ 6563-75.

Щипцы тигельные с наконечниками из платины по ГОСТ 6563-75.

Стаканы В-1-250 ТС по ГОСТ 25336-82.

Колбы Кн-2-750-34 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Холодильники ШТ-3-400 ХС по ГОСТ 25336-82.

Пробки резиновые диаметром 29 мм.

Воронки В-75-П0 ХС по ГОСТ 25336-82.

Эксикатор 2-180 по ГОСТ 25336-82.

Кальций хлористый по ТУ 6-09-4711-81, прокаленный при 700-800 °С, для заполнения эксикатора.

Пипетка 2-2-100 по ГОСТ 20292-74.

Бюретка 1-2-50-0,10 по ГОСТ 20292-74.

Часы вторичные электрические по ТУ 25-1891-0004-87.

Бумага индикаторная конго по ТУ 6-09-3104-78.

Фильтры бумажные, белая или красная лента по ТУ 6-09-1678-77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 65Ю9-72.

Натрий углекислый по ГОСТ 83-79.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530-76.

Кислота борная, х.ч., по ГОСТ 9656-75.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Фенолфталеин по ТУ 6-09-4530-77, спиртовой раствор с весовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77.

Метиловый красный по ТУ 6-09-5169-84, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77.

Д(-) маннит по ГОСТ 8321-74.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Массовую концентрацию (титр) раствора гидроксида натрия устанавливают по раствору оксида бора. Для приготовления раствора оксида бора навеску борной кислоты массой 2 г взвешивают в платиновом тигле и обезвоживают в электропечи при температуре 850-900 °С в течение 2 ч. Тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Полученную навеску оксида бора вместе с тиглем помещают в стакан, добавляют 200 см<sup>3</sup> горячей свежeproкипяченной воды и растворяют при перемешивании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, охлаждают и доводят до метки свежeproкипяченной и охлажденной водой.

Для установки титра 100 см<sup>3</sup> полученного раствора отбирают пипеткой в коническую колбу вместимостью 750 см<sup>3</sup>, добавляют 1-2 капли метилового красного и по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:3, до перехода цвета раствора в розовый, затем по каплям 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор гидроксида натрия до перехода цвета раствора в желтый от одной капли щелочи.

После этого в раствор добавляют 10-12 капель фенолфталеина, 4-5 г Д(-) маннита и титруют приготовленным раствором гидроксида натрия до перехода окраски раствора в розовый цвет, не исчезающий при добавлении 1 г Д(-) маннита.

В случае исчезновения розовой окраски после добавления реагента, раствор дотитровывают.

Параллельно проводят контрольный опыт для введения поправки на реактивы.

Массовую концентрацию раствора гидроксида натрия по бору (Т) в граммах на кубический сантиметр рассчитывают по формуле

$$T = \frac{m \cdot 100 \cdot 0.3106}{1000 \cdot (V - V_1)}$$

где  $m$  - масса навески прокаленного оксида бора;

$V$  - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_1$  - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

0,3106- коэффициент пересчета оксида бора на бор.

Титр раствора гидроксида натрия устанавливают по среднему результату не менее трех измерений.

#### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению работы допускаются лица, ознакомленные с действующими на производстве общими инструкциями по технике безопасности и правилами эксплуатации электроустановок.

При проведении измерения руководствоваться "Основными правилами работы в

химической лаборатории", утвержденными в установленном порядке.

К выполнению измерения допускаются лица, прошедшие обучение методу измерения массовой доли общего бора.

## 5. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску нитрида бора массой 0,10-0,15 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002г, помещают в платиновый тигель, добавляют 4 г углекислого натрия, перемешивают и закрывают сверху еще 1 г углекислого натрия.

Тигель закрывают крышкой, помещают в электропечь и сплавляют навеску при температуре 950-1000 °С. По окончании оплавления тигель охлаждают, помещают вместе с крышкой в стакан и растворяют сплав в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:6. После растворения сплава тигель с крышкой вынимают, обмывают водой. К кислому раствору осторожно, небольшими порциями, прибавляют углекислый кальций до перехода окраски бумаги конго в розовый цвет и образования на дне стакана небольшого избытка углекислого кальция. Содержимое стакана выдерживают 10-15 мин на песочной бане и фильтруют через фильтр "красная лента" в коническую колбу вместимостью 750 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают 5-6 раз горячей водой.

К фильтрату в колбе прибавляют 2 капли метилового красного и по каплям разбавленный 1:1 раствор соляной кислоты до изменения окраски фильтрата из желтой в розовую. Раствор кипятят 15-20 мин с обратным холодильником, охлаждают и нейтрализуют 0.1 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида натрия до перехода окраски от капли из розовой в желтую.

К нейтральному раствору прибавляют 10-12 капель фенолфталеина, 4-5 г Д(-) маннита и титруют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски, прибавляют еще 1 г Д(-) манна и, если окраска раствора не исчезает, титрование считают законченным. Если окраска раствора исчезает, раствор дотитровывают, добавляя по 11 г Д(-) маннита, до устойчивой розовой окраски.

По всем стадиям выполнения измерений проводят контрольный

## 6. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую долю общего бора в процентах рассчитывают по формуле

$$x_{B \text{ общ.}} = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m}$$

где  $V$  - объем 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, затраченного на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  - объем 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, затраченного на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$T$  - массовая концентрация 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, выраженная в граммах бора, г/см<sup>3</sup>;

$m$  - масса навески, г.

## 7. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, абсолютные допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,6 %.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

### Обязательное

## МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ РАСТВОРИМОГО БОРА

Метод предназначен для определения массовой доли растворимого бора в нитриде бора в диапазоне от 0 до 1,0%

### 1. НОРМЫ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Гарантируемая точность метода при доверительной вероятности  $P=0,95$  и числе параллельных измерений  $n=2$  характеризуется величиной допускаемых расхождений  $d$ , равной 0,05 % (абс.) (экспериментально установленная величина).

Предел допускаемого значения погрешности измерения при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляет 0,01 % (абс.)

Верхняя граница погрешности единичных измерений при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляет 0,02 % (абс.).

### 2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на алкалиметрическом титровании манниборной кислоты после растворения бора в смеси азотной кислоты и пероксида водорода и удаления мешающих примесей.

### 3. СРОДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, погрешностью взвешивания  $\pm 0,00015$  г по ГОСТ 24104-88.

Электроплитка по ГОСТ 14919-83 с закрытой спиралью.

Часы вторичные электрические по ТУ 25-1891-0004-87.

Колбы Кн-2-750-34 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Холодильники ХПТ-3-400 ХС по ГОСТ 25336-82.

Пробки резиновые диаметром 29 мм.

Бюретка 1-2-5-0,02 по ГОСТ 20292-74.

Воронки В-75-110 ХС по ГОСТ 25336-82.

Фильтры бумажные белая или красная лента по ТУ 6-09-1678-77.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530-76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.

Фенолфталеин по ТУ 6-09-4530-77, спиртовой раствор с массовой долей 1%, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77.

Метилловый красный по ТУ 6-09-5169-84, спиртовой раствор с массовой долей 0,1%, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77.

Д(-) маннит по ГОСТ 8321-74, водный раствор с массовой долей 5 %, нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроксида натрия концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929-76.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>. Массовую концентрацию (титр) раствора гидроксида, натрия устанавливают по раствору оксида бора.

Раствор оксида бора готовят аналогично описанному в обязательном приложении 1.

Для установки титра 5 см<sup>3</sup> раствора оксида бора отбирают пипеткой в коническую колбу вместимостью 750 см<sup>3</sup>, добавляют 200 см<sup>3</sup> сведепрокипяченной и охлажденной воды, 1-2 капли метилового красного, 1 каплю соляной кислоты (1:3), а затем по каплям 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствор гидроксида натрия до перехода окраски раствора от одной капли щелочи в желтый цвет, 10-12 капель фенолфталеина, 3-4 г Д(-) маннита и титруют раствором 0,05 моль/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия до появления розовой окраски. Добавляют еще 1 г Д(-) маннита и в случае исчезновения розовой окраски раствор дотитровывают.

Параллельно проводят контрольный опыт для введения поправки на реактивы.

Массовую концентрацию раствора гидроксида натрия по растворимому бору (Т) в граммах на кубический сантиметр рассчитывают по формуле

$$T = \frac{m \cdot 5 \cdot 0.3106}{1000(V - V_1)}$$

где  $T$  - масса навески прокаленного оксида бора, г;

0,3106 - коэффициент пересчета оксида бора на бор;

$V$  - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_1$  - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

Титр раствора гидроксида натрия устанавливают по среднему результату не менее трех измерений.

#### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению работы допускаются лица, ознакомленные с действующими на производстве общими инструкциями по технике безопасности и правилами эксплуатации электроустановок.

При проведении измерения руководствоваться "Основными правилами работы в химической лаборатории", утвержденными в установленном порядке.

К выполнению измерения допускаются лица, прошедшие обучение методу измерения массовой доли растворимого бора.

#### 5. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску нитрида бора массой 1 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 750 см<sup>3</sup>, приливают 45 см<sup>3</sup> пероксида водорода (1:2), 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят с обратным холодильником в течение 15 ч. После этого обмывают стенки холодильника и пробку водой, к кислому раствору осторожно, небольшими порциями, прибавляют углекислый кальций до появления на дне колбы небольшого осадка - избытка углекислого кальция. Содержимое колбы выдерживают 10-15 мин на песочной бане и фильтруют через фильтр "красная лента" в коническую колбу вместимостью 750 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают 5-6 раз горячей водой. К фильтрату в колбе прибавляют 2 капли метилового красного и по каплям разбавленного 1:1 раствора соляной кислоты до изменения окраски фильтрата из желтой в розовую. Раствор кипятят 15-20 мин с обратным холодильником, охлаждают и нейтрализуют 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида натрия до перехода окраски от одной капли из розового в желтую. К нейтральному раствору прибавляют 10-12 капель фенолфталеина, 20 см<sup>3</sup> раствора Д(-) маннита и титруют 0,05 моль/дм<sup>3</sup>

раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски, прибавляют еще 20 см<sup>3</sup> раствора Д(-) маннита и дотитровывают до устойчивой розовой окраски.

По всем стадиям выполнения измерений проводят контрольный 1 опыт.

## 6. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую долю растворимого бора ( $X_{B \text{ раст.}}$ ) в процентах рассчитывают по формуле

$$X_{B \text{ раст.}} = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m}$$

где  $V$  - объем 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, затраченного на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  - объем 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, затраченного на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$T$  - массовая концентрация 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, выраженная в граммах оксида бора, г/см<sup>3</sup>;

$m$  - масса навески, г.

## 7. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных измерений, абсолютные допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 %.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 3

### Обязательное

#### МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ КАРБИДА БОРА

Метод предназначен для определения массовой доли карбида бора (размеры частиц от 1 до 60 мкм) в диапазоне от 0 до 2,2 % с нитриде бора.

##### 1. НОРМЫ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Пределы возможных значений погрешности измерений для доверительной вероятности  $P=0,95$  составляют 0,1 % (абс.).

Верхняя граница погрешности единичных измерений - 0,15 % (абс.)

Допускаемые расхождения результатов параллельных определений для доверительной вероятности  $P=0,95$  и числа параллельных определений  $n=3$  составляет 0,3 % (абс.).

##### 2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на рентгенофазовом анализе.

##### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Дифрактометр рентгеновский ДРОН-ЗМ или аналогичный по нормативно-технической документации.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, погрешностью взвешивания  $\pm 0,00015$  г по ГОСТ 24104-88.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87 - 5 см<sup>3</sup> на одно определение.

Кварцевая кювета глубиной 2 мм из комплекта к гониометру Z7P-8 дифрактометра ДРОН-ЗМ.

Бумага чертежная прозрачная по ГОСТ 20363-88.

Карбид бора зернистостью 1.128 по ГОСТ 5744-85.

Ступка агатовая или корундовая.

##### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений должны соблюдаться требования безопасности, указанные в техническом описании и инструкции по эксплуатации дифрактометра и технических весов.

##### 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению работы могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее техническое образование, квалификационную группу по электробезопасности не ниже III, допущенные к работе на рентгеновских дифрактометрах, обученные настоящей методике и ознакомленные с требованиями безопасности в соответствии с разделом 4.

##### 6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды ( $23 \pm 10$ ) С;

относительная влажность-до 80 %;

атмосферное давление 84-107 кПа.

## 7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. Устанавливают на дифрактометра рентгеновскую трубку с медным анодом.

Включают дифрактометр согласно инструкции по эксплуатации. Устанавливают на дифрактометре следующие режима работы:

напряжение - 45 кВ;

ток - 18 мА; \*

щели: 1 вертикальная - 4 мм;

горизонтальная - 10 мм;

2 вертикальная - 0,5 мм;

Саллера - 2,5°;

фильтр никелевый, толщиной 0,02 мм;

режим съемки - непрерывная запись;

постоянная времени - 10 с;

режим работы счетчика- дифференцирование;

угловая скорость вращения счетчика - 1/8 град/мин;

вращение приставки гониометра - включено;

диапазон измерений счетчика - 2x10<sup>5</sup> импульс/с;

диапазон шкалы измерений самописца - 50 мВ;

подавление нуля самописца - 1 или 2;

скорость движения диаграммной ленты - 720 мм/ч.

### 7.2. Приготовление эталонных образцов

Для построения калибровочного графика готовятся эталонные образцы из нитрида бора с массовой долей карбида бора не более 0,3 % и карбида бора зернистостью М28 с массовой долей основного вещества не менее 97%

Приготовление эталонных образцов производят путем механического смешивания порошков нитрида бора и карбида бора. К навескам порошка нитрида бора добавляют по 0,2; 0,4; 0,7; 1,0; 1,4; 1,8; 2,0% порошка карбида бора. Количество добавляемого порошка карбида бора для каждого эталонного образца (а), г, рассчитывают по формуле

$$a = \frac{b \cdot c}{100 - c}$$

где - *b* навеска нитрида бора, г;

*c* - массовая доля добавленного карбида бора, %.

Каждый эталонный образец тщательно перемешивают и растирают в ступке.

### 7.3. Построение калибровочного графика

Производят съемку дифрактограмм для каждого эталонного образца в соответствии с п.7.1 и разделом 8.

Для каждого эталонного образца рассчитывают массовую долю карбида бора в исходном нитриде бора, из которого приготовлены эти эталонные образцы, (X) в процентах по формуле

$$X = \frac{y_1}{y - y_1} C$$

где  $y$  - масса пика отражения (104) карбида бора в эталонной пробе, г;  
 $y_1$  - масса пика отражения (104) карбида бора в исходной пробе нитрида бора, г;  
 $c$  - массовая доля карбида бора, добавленного в эталонный образец, %.

За результат определения массовой доли карбида бора в исходном нитриде бора принимают среднее арифметическое результатов определения карбида бора во всех эталонных пробах.

Массовую долю карбида бора - для каждого эталонного образца ( $X_э$ ) в процентах определяют по формуле

$$X_э = X + c$$

где  $X$  - массовая доля карбида бора в исходном нитриде бора, %;  
 $c$  - массовая доля добавленного карбида бора, %.

По полученным данным строят калибровочный график в координатах  $y - X_э$ .

Для получения одной точки калибровочного графика необходимо сделать не менее пяти параллельных измерений и взять среднее арифметическое.

## 8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Протирают кювету и стеклянную пластинку (для выравнивания пробы) ватой, смоченной в спирте. Насыпают анализируемую пробу в количестве 0,7-0,9 г в кювету и уплотняют ее стеклянной пластинкой (во избежание высыпания пробы из кюветы при анализе допускается смазывание дна кюветы тонким слоем вазелина). Излишек пробы снимают краем пластинки.

8.2. Устанавливают кювету с пробой на приставку типа ГП-13 гониометра ГУР-8 и производят запись дифрактограммы по режиму п.7.1 в интервале углов 20 от 33 до 36°.

8.3. На полученной дифрактограмме проводят линии фона и профилей отражения (104) карбида бора, перерисовывают полученный пик на чертежную бумагу, вырезают его и взвешивают с точностью до 0,001 г.

## 9. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую долю карбида бора определяют с помощью калибровочного графика по результату измерений, выполненных в соответствии с разделом 8.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое из трех параллельных определений.

## 10. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Абсолютные допускаемые расхождения между параллельными определениями при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать 0,3 %.

10.2. Необходимо ежедневно производить контрольную съемку эталонного образца в соответствии с разделом 8. Если результат контрольной съемки эталонного образца отличается от определенной ранее массовой доли карбида бора в этом эталонном образце более, чем на 0,1 %, производят перерасчет полученных значений массовой доли карбида бора в проанализированных пробах по формуле

$$X_y = \frac{X_э}{X_k} \cdot X$$

где  $X_y$  - уточненное значение массовой доли карбида бора в анализируемой пробе,  
 $X_k$  - массовая доля карбида бора, полученная при контрольной съемке, %;  
 $X_э$  - массовая доля карбида бора в контрольном (эталонном) образце, %;  
 $X$  - массовая доля карбида бора в анализируемой пробе,  
полученная в соответствии с разделами 8, 9.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 4

### Обязательное

#### МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКСИДА БОРА (Ш)

Метод предназначен для определения массовой доли оксида бора в нитриде бора в диапазоне от 0 до 0,2 %.

#### 1. НОРМЫ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Гарантируемая точность метода при доверительной вероятности  $p=0,95$  и числе параллельных измерений  $n=2$  характеризуется величиной допускаемых расхождений  $d$ , равной 0,03 % (абс.) (экспериментально установленная величина).

Предел допускаемого значения погрешности измерения при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляет 0,01 % (абс.).

Верхняя граница погрешности единичных измерений при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляет 0,02 % (абс.).

#### 2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на алкалиметрическом титровании маннитоборной кислоты в растворе, полученном после растворения оксида бора в воде, доведенной до кипения.

#### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, погрешностью взвешивания  $\pm 0,00015$  г по ГОСТ 24104-88.

Электроплитка по ГОСТ 14919-83 с закрытой спиралью.

Стаканы В-1-250 ТС по ГОСТ 25336-82.

Колбы Кн-2-750-34 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Воронки В-75-П0 ХС по ГОСТ 25336-82.

Эксикатор 2-180 по ГОСТ 25336-82.

Кальций хлористый по ТУ 6-09-47П-81, прокаленный при 600-800 °С, для заполнения эксикатора.

Пипетка 1-2-5-2,5 по ГОСТ 20292-74.

Бюретка 1-2-5-0,02 по ГОСТ 20292-74.

Фильтры бумажные белая или красная лента по ТУ 6-09-1678-77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

Фенолфталеин по ТУ 6-09-4530-77, спиртовой раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77.

Метиловый красный по ТУ 6-09-5169-84, спиртовой раствор массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77.

Д(-) маннит по ГОСТ 8321-74, водный раствор с массовой долей 5% нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроксида натрия концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>. Массовую концентрацию раствора гидроксида натрия по оксиду бора (Т) устанавливают аналогично описанному в обязательном приложении 2 и рассчитывают по формуле

$$T = \frac{m \cdot 5}{1000 \cdot (V - V_1)}$$

где  $T$  - масса навески прокаленного оксида бора, г;

$V$  - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_1$  - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

Титр раствора гидроксида натрия устанавливают по среднему результату не менее трех измерений.

#### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению работы допускаются лица, ознакомленные с действующими на производстве общими инструкциями по технике безопасности, правилами эксплуатации электроустановок.

При проведении измерения руководствоваться "Основными правилами работы в химической лаборатории", утвержденными в установленном порядке.

К выполнению измерения допускаются лица, прошедшие обучение методу измерения массовой доли оксида бора.

#### 5. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Навеску нитрида бора массой 1 г взвешивают с погрешностью не более  $\pm 0,0002$  г, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, заливают 100 см<sup>3</sup> горячей свежeproкипяченной воды и перемешивают до полного смачивания всей навески. Стакан ставят на электроплитку, содержимое стакана доводят до кипения и сразу же снимают с плитки. Теплый раствор фильтруют через фильтр "красная лента" в коническую колбу вместимостью 750 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают 5-6 раз горячей свежeproкипяченной водой. К охлажденному фильтрату добавляют 1-2 капли метилового красного, одну каплю раствора соляной кислоты (1:3) и нейтрализуют содержимое колбы 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида натрия до перехода цвета раствора от одной капли в желтый. Затем в раствор добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора Д(-) маннита, 10-12 капель фенолфталеина и титруют 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида натрия до перехода желтой окраски раствора в розовую, добавляют еще 10 см<sup>3</sup> раствора Д(-) маннита и дотитровывают до появления розовой окраски.

По всем стадиям выполнения измерений проводят контрольный опыт.

#### 6. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую долю оксида бора (Ш) в процентах рассчитывают по формуле

$$X_{B_2O_3} = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m}$$

где  $V$  - объем 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, затраченного на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  - объем 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, затраченного на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$T$  - массовая концентрация 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, выраженная в граммах оксида бора, г/см<sup>3</sup>;

$m$  - масса навески, г.

## 7. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных измерений, абсолютные допускаемые расхождения между которыми, не должны превышать 0,03%.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 5

### Обязательное

#### МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ НАСЫПНОЙ ПЛОТНОСТИ НИТРИДА БОРА

Метод предназначен для измерения насыпной плотности нитрида бора при показателях, не менее 0,2 г/см<sup>3</sup>.

##### 1. НОРМЫ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Гарантируемая точность метода при доверительной вероятности  $P=0,95$  и числе параллельных определений  $n=3$  характеризуется величиной допускаемых расхождений  $d$ , равной 0,02 г/см<sup>3</sup>.

Предельная погрешность результата измерения для доверительной вероятности  $P=0,95$  составляет 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Верхняя граница погрешности единичных измерений при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляет 0,02 г/см<sup>3</sup>.

##### 2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на определении отношения массы нитрида бора к занимаемому им объему после свободного насыпания нитрида бора через воронку в мерный цилиндр (стакан) до полного заполнения.

##### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Прибор для измерения насыпной плотности по ОСТ 2 МТ 72-1-82.

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг, погрешностью взвешивания  $\pm 0,075$  г по ГОСТ 24104-88.

Секундомер по ГОСТ 5072-79.

Ложка 3 по ГОСТ 9147-80.

##### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Прибор для измерения насыпной плотности устанавливается в вытяжном шкафу.

К выполнению измерения допускаются лица, прошедшие обучение методу измерения насыпной плотности нитрида бора.

##### 5. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Пробу нитрида бора тщательно перемешивают и засыпают ложкой в закрытую затвором воронку прибора. Затвор слегка приподнимают и высыпают пробу в мерный стакан, не допуская залипания отверстия воронки. С этой целью затвор вращают в пробке вокруг выходного отверстия воронки. Засыпание прекращают, когда пробой заполняется среднее кольцо, делают минутную выдержку и сдвигают кольцо по плоскости верхнего основания мерного стакана, срезая избыток нитрида бора. Содержимое стакана высыпают на чашку весов и взвешивают.

##### 6. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ИЗМЕРЕНИЙ

Насыпную плотность нитрида бора ( $D$ ) в граммах на кубический сантиметр рассчитывают по формуле  $D = \frac{m}{V}$

где  $m$ ) - масса пробы в стакане, г;

$V$  - объем стакана, см<sup>3</sup>.

## 7. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение трех параллельных измерений, абсолютные допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02 г/см

## ПРИЛОЖЕНИЕ 6

### Справочное

#### ПЕРЕЧЕНЬ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ, НА КОТОРЫЕ ДАНЫ ССЫЛКИ В ТЕХНИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

Обозначение НТД	Наименование
ГОСТ 83-79	Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 2226-88	Мешки бумажные. Технические условия
ГОСТ 3118-77	Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3647-80	Материалы шлифовальные. Классификация. Зернистость и зерновой состав. Методы контроля
ГОСТ 4328-77	Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461-77	Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4530-76	Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия
ГОСТ 4919.1-77	Реактивы и особочистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 5072-79	Секундомеры механические. Технические условия
ГОСТ 5744-85	Материалы шлифовальные из карбида бора. Технические условия
ГОСТ 6563-75	Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 6613-86	Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 8321-74	Реактивы. Д(-) Маннит. Технические условия
ГОСТ 9656-75.	Реактивы. Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 10929-76	Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 14919-83	Электроплиты, электроплитки и жаропрочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 15150-69	Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды
ГОСТ 17ВИ-78	Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия
ГОСТ 18300-87	Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 20292-74	Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия
ГОСТ 20363-88	Бумага чертежная прозрачная. Технические условия
ГОСТ 24104-88	Весы лабораторные общего назначения ж образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336-82	Посуда ж оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры ж размеры
ТУ 25-1891-0004-87	Часы электрические вторичные показывающие стрелочные с минутным отсчетом. Технические условия
ТУ 6-09-1678-77	Фильтры бумажные. Технические условия
ТУ 6-09-3104-78	Бумага индикаторная конго. Технические условия

ТУ 6-09-4530-77	Фенолфталеин. Индикатор. Технические условия
ТУ 6-09-5169-84	Метилловый красный. Индикатор. Технические условия
ТУ 6-09-4711-81	Реактивы. Кальций хлористый обезвоженный.
	Технические условия
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические
ОСТ 2 МТ 72-1-82	Материалы шлифовальные. Метод определения насыпной (объемной) плотности